

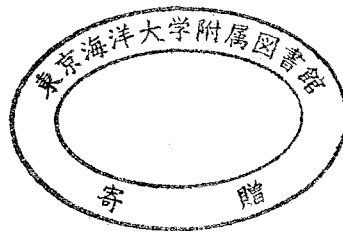
摩擦を利用した粉末固体の成膜化とそのトライボロジー特性

著者	鍋田 佳典
学位授与機関	東京海洋大学
学位授与年度	2006
URL	http://id.nii.ac.jp/1342/00000836/

修士学位論文

摩擦を利用した粉末固体の成膜化とそのトライボロジー特性

平成 18 年度
(2007 年 3 月)



東京海洋大学大学院

海洋科学技術研究科

海洋システム工学専攻

鍋 田 佳 典

目次

第1章 序論

- 1.1 緒言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (2)
- 1.2 本研究の目的・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (2)
- 1.3 本論文の構成・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (3)

第2章 摩擦を利用した成膜技術の開発

- 2.1 はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (5)
- 2.2 成膜装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (5)
- 2.3 基材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (6)
- 2.4 粉末材料・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (6)
- 2.5 リング・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (7)
- 2.6 同種材接合実験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (7)
- 2.7 成膜条件・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (7)

第3章 機械的特性の評価

- 3.1 はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (17)
- 3.2 外観及び断面，表面観察・・・・・・・・・・・・ (17)
- 3.3 硬さ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (19)
- 3.4 密着力・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (20)
- 3.5 ヤング率・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (21)
- 3.6 小結・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (21)

第4章 トライボロジー特性の評価

- 4.1 はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (38)
- 4.2 フレッチング試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (38)
- 4.3 一方向摩耗試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (39)
- 4.4 摩擦係数測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (41)
- 4.5 小結・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (42)

第5章 結論・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (56)

参考文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (58)

謝辞・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ (59)

付録

研究業績

第 1 章 序論

1.1 緒言

1.2 本研究の目的

1.3 本論文の構成

第 1 章 序論

1.1 緒言

最近、固体表面にトライボロジー特性に優れた材料をコーティングする技術が発達してきている。中でも溶射による方法は、比較的厚い膜が短時間で作製できるため工業的にもっとも有望な方法の一つであるが、一方では膜内に多くの欠陥が存在すること、また下地界面との密着力が十分でないこと等がその欠点として知られている。他に蒸着では、その種類によって結晶粒が柱状構造をとるために粒界にそってクラックが入り易く、また反応性の高い原料ガスを使用するために爆発、毒性に対する注意も必要である。また成膜速度が遅い、不純物ガスが混入しやすい等の欠点もある。¹⁾

一方で摩擦圧接²⁾の原理を利用したコーティングについての報告は少なく、その作製された膜の特性についての研究も少ないのが現状である。そこで摩擦熱を利用したコーティング技術を開発し、作製された膜の特性を評価することが必要である。

1.2 本研究の目的

本研究の目的は、摩擦熱を利用した成膜技術の開発を行い、溶射、その他のコーティング技術の持つ欠点を克服した膜を作製することである。また、成分の異なる粉末を材料とした膜を作製し、その評価を行うことによって本技術のトライボ皮膜への適用可能性について検討することである。

具体的にはアルミニウム(以下 Al)を主成分とする粉末を利用した膜を作製し、その後その粉末をベースとし、窒化アルミニウム(以下 AlN)を重量比を変えて混合した膜、及びそれらにさらに C, Mo, MoS₂ を混合した膜についてトライボロジー特性、及び密着力の評価を行う。また、前述したように、摩擦圧接の原理を利用したコーティングに関する報告はきわめて少ないため、作製された膜の外観、断面及び表面の観察、硬さ、ヤング率測定も行う。

1.3 本論文の構成

本論文は五章よりなっている。

第1章「序論」ではコーティングの現状及び問題点について触れ、本研究の目的を述べている。

第2章「摩擦を利用した成膜技術の開発」は、本研究で使用した成膜装置の概要、材料に使用した粉末、成膜条件等について述べたものである。

第3章「機械的特性の評価」では、膜の機械的特性について調べた結果を述べている。

第4章「トライボロジー特性の評価」では、摩擦を利用して作製された膜がトライボ皮膜として利用できるか否かを調べるために、各種トライボロジー試験を行った結果について述べている。

第5章「結論」では、本研究により得られた結論及び摩擦成膜のトライボ皮膜としての利用可能性について述べている。

第 2 章 摩擦を利用した成膜技術の開発

2.1 はじめに

2.2 成膜装置

2.3 基材

2.4 粉末材料

2.5 リング

2.6 同種材接合実験

2.7 成膜条件

第 2 章 摩擦を利用した成膜技術の開発

2.1 はじめに

本章では，本研究で開発された成膜装置についての概要，成膜を施される基材，粉末材料について述べる．また成膜に先立ち行われた同種材接合実験及び成膜条件について述べる．

2.2 成膜装置

開発した成膜装置の外観を図 2.1 に，同装置主要部の外観及び概略図を図 2.2，図 2.3 にそれぞれ示す．この装置は，基本的には NC フライス盤と同じ構造を有し，変位制御方式で負荷を与える装置である．粉末または焼結薄板(以下ペレット)に摩擦を加える工具は，22kW のモータにより駆動され，その最高回転速度は 2000rpm である．また，工具の送りは 6kW のもう 1 つのモータにより与えられ，手動では最小 50 μ m ステップで，プログラム運転時には 1 μ m ステップでの運転が可能である．負荷できる最大荷重は，約 50kN(安全装置が作動する荷重)である．

工具は，直径 30mm の超硬合金製円柱であり，その端面が粉末またはペレットとの間で摩擦しあう．なお，工具としてはこの他に取替え可能な SKH 製工具も使用した．

成膜装置のテーブルには，図 2.3 に示す基材を保持する支持台が取り付けられており，基材押え板に空けられた工具直径よりやや大きな円孔部に回転する工具が挿入され，粉末あるいはペレットを回転しながら圧接する．このときに生じる激しいせん断と摩擦熱を利用して成膜が行われる．

成膜中に生じる基材の温度は，図 2.3 に示すように，基材の裏面側の軸中心部に熱電対を接触させて測定する．また，工具の押し付け力は，基材支持台を支えるベッドの下面に設置された水晶圧電式ロードワッシャにより測定される(図は省略)．ただし，この方式は，荷重をロードワッシャのみで受け持つ構造とはなっておらず，また断熱対策を採っていない

いため、測定値は温度変動の影響を受けており、本実験では参考値として扱った。

また本成膜装置には図 2.4 に示すようなアクリル製のチャンバが取り付け可能であり、このチャンバを取り付けることにより大気中の塵やほこりの影響を排除し、同時に湿度をコントロールする装置の取り付けを可能にしている。さらに、チャンバを取り付け、かつアルゴンガスや窒素ガスといった不活性ガスで置換することにより、酸素の影響を極力除外させた雰囲気での成膜を行うことも可能である。

2.3 基材

膜を施す基材は、図 2.5 に示す 2017Al 合金板である。板の中心部には内径 10mm、外径 30mm、深さ 0.3mm のドーナツ型の溝が表面に設けられている。実験当初溝のない基材を用いて成膜を行っていたが、実験終了後も材料が粉末のまま成膜されないことが多かった。これは、成膜時に基材表面にのせた粉末を回転する工具により摩擦する際、工具の中心部では速度がほぼ 0m/s となり摩擦による温度上昇が見込めないことがその理由と考えられ、基材にこのような溝を設けた。基材に溝を設けた結果、粉末のまま成膜されない現象は経験上減少した。またその後の実験においてリングを補助的に使用し、工具の回転数を下げることで、溝の無い基材を用いてもほぼ確実に成膜することが可能となった。

2.4 粉末材料

成膜に用いた粉末材料の成分と粒径を、それぞれ表 2.1 と表 2.2 に示す。アトマイズ法により製造されたこの粉末は、熱間押出し材用に開発された Al 合金の急冷凝固粉末である(以下この粉末を ASCM20-5Fe と呼ぶ)。なお、一回の成膜では粉末を約 $2.94 \times 10^{-2} \text{N}$ (3gf) 使用した。また本研究開始当初粉末が成膜時に飛散し十分に加圧されずに成膜されなかったり工具側に付着したりすることがあったため、 $2.94 \times 10^{-2} \text{N}$ の ASCM20-5Fe を本研究室で作製した治具に入れ、ネジで加圧した後に 580℃で 30min 加熱して焼結させた厚さ 2mm、内径及び外径が基材の溝とほぼ等しいドーナツ型のペレットを材料として用いた成膜も行っ

た．作製されたペレットの外観を図 2.6 に示す．

その後 ASCM20-5Fe に耐摩耗性の向上を目的に AlN を重量比 5%, 10%, 15%, 20%, 50% 加えたもの(以下 AlN5%, AlN10%, AlN15%, AlN20%, AlN50%とする)及び 10%AlN を加えた ASCM20-5Fe にさらに重量比 C1%, Mo5%, MoS₂1%を加えた粉末(以下 AlN10%+C1%, AlN10%+Mo5%, AlN10%+MoS₂1%とする)も材料として使用した．なお以下 AlN を加えた粉末を材料とした膜については特に記述が無い場合，焼結させずに粉末から成膜されたものとする．

2.5 リング

本研究では金属製のリングを補助的に使用した成膜も行った．リングの外観を図 2.7 に示す．このリングは厚さ 2mm，内径 32mm，外径 36mm の Al 合金製である．成膜時の概略図を図 2.8 に示す．すなわちリングを基材押え板内の円孔内に設置し，その内部に材料となる粉末を入れた後に摩擦を加え，リングごと粉末を押しつぶし成膜するのである．

2.6 同種材接合実験

粉末，及びそのペレットを基材上に成膜するのに先立ち，本成膜装置で成膜が可能であることを確かめるために凝着が生じやすい同種材同士の組み合わせを取り上げ，基材をドーナツ型に切り出したアルミ円盤を溝のない基材に接合する実験を試みた．その接着界面の断面図及び断面図中央の線で示した部分の高さ方向の状態を，図 2.9 に示す．図 2.9 より接合面にはアルミ基材表面の酸化物の集積は見られるものの，欠陥はほとんどなく，良好な摩擦接合が得られた．なお，摩擦接合時の最高到達温度は約 450℃であった．

2.7 成膜条件

本研究では，成膜装置をプログラムにより動作させ成膜を行った．粉末材料を成膜する条件は，予備試験により得られた知見に基づき決定した．表 2.3 に本研究で行われた成膜

の条件を示す。なお、成膜法 A, B, 及び C では表に示すように成膜途中で送り速度を変化させた。粉末およびリング表面の座標は工具を手動で動かし、成膜装置の荷重計で荷重がかかりはじめる座標を表面とした。またペレットから成膜を行う場合では手動で工具を動かし、同様に基材に荷重がかかり始める座標を求めた後に、ペレットの厚さから計算して求めた。

当初、粉末から成膜する場合表 2.3 中の成膜法 A で、ペレットから成膜する場合成膜法 B で成膜を行った。成膜法 B において、送り速度 1 の速度が大きいのは、ペレットが一旦粉末に戻ってから成膜される事を防ぐ為である。なお、成膜中に安全装置が作動し成膜がプログラムの途中で止まってしまったケースもあったが、この場合に関しても十分に加圧、加熱され膜が作製されていたものについては実用上問題ないと判断し、実験に使用した。

表 2.1 粉末成分

成分	Si	Fe	Cu	Mg	Al
ASCM20-5Fe	20%	5%	3.50%	1.20%	その他

表 2.2 粉末粒径

150 μ m以上	150～105 μ m	105～75 μ m	75～63 μ m	63～44 μ m	44 μ m以下
3.80%	7.60%	13.80%	5.70%	17.60%	51.50%

表 2.3 成膜条件

成膜法	工具	回転数	送り速度1	送り速度2	雰囲気	基材溝	備考
A	超硬	1600rpm	粉末表面から0.8mmまで 0.8mm/min	粉末表面から1.6mmまで 0.2mm/min	大気中	有	—
B	超硬	1600rpm	粉末表面から0.95mmまで 5mm/min	粉末表面から1.1mmまで 0.17mm/min	大気中	有	ペレット使用
C	SKH	1600rpm	粉末表面から0.8mmまで 0.8mm/min	粉末表面から1.6mmまで 0.2mm/min	大気中	有	—
D	SKH	400rpm	粉末表面から0.7mmまで 0.1mm/min	—	大気中	無	リング使用

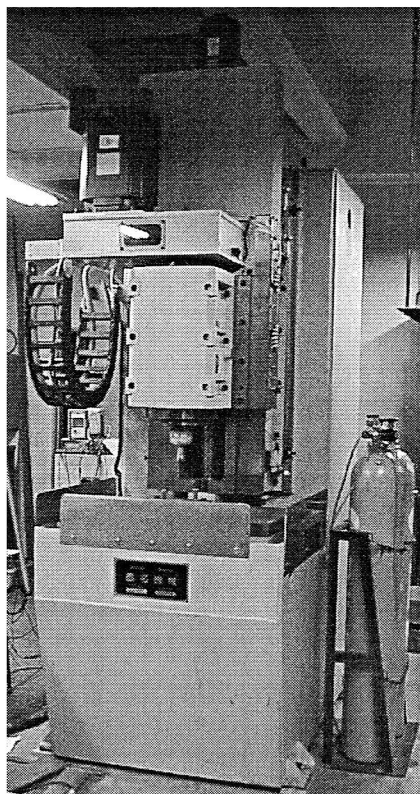


图 2.1 成膜装置

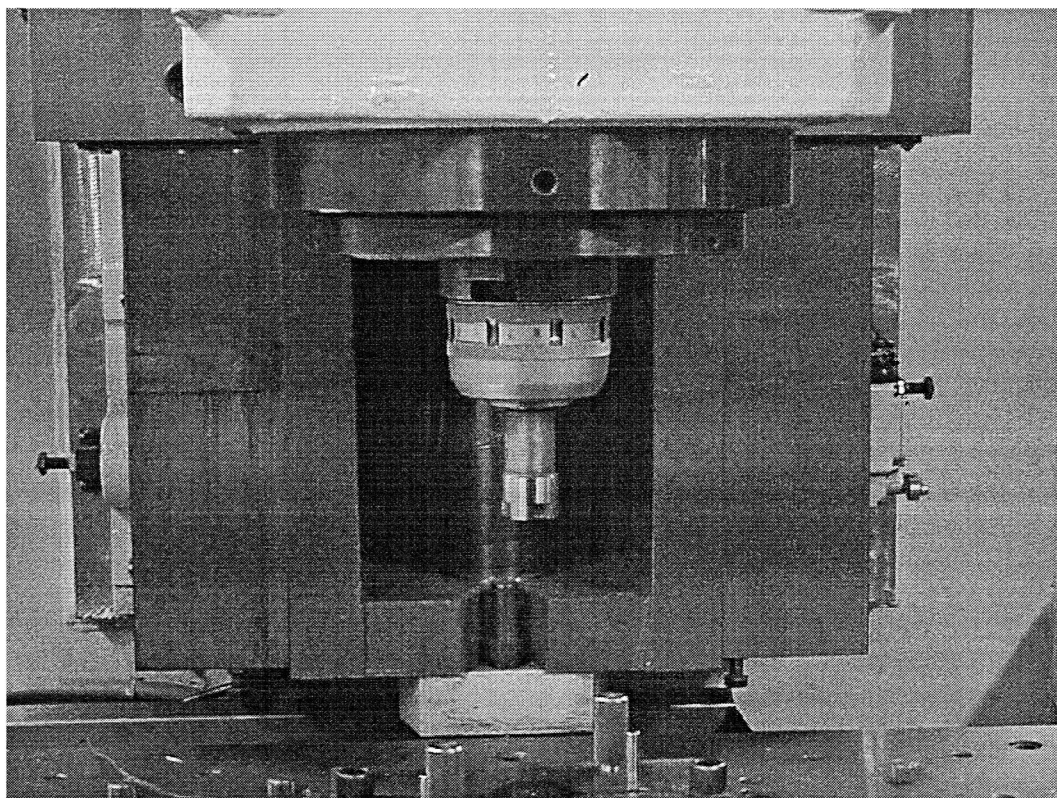


图 2.2 成膜装置主要部

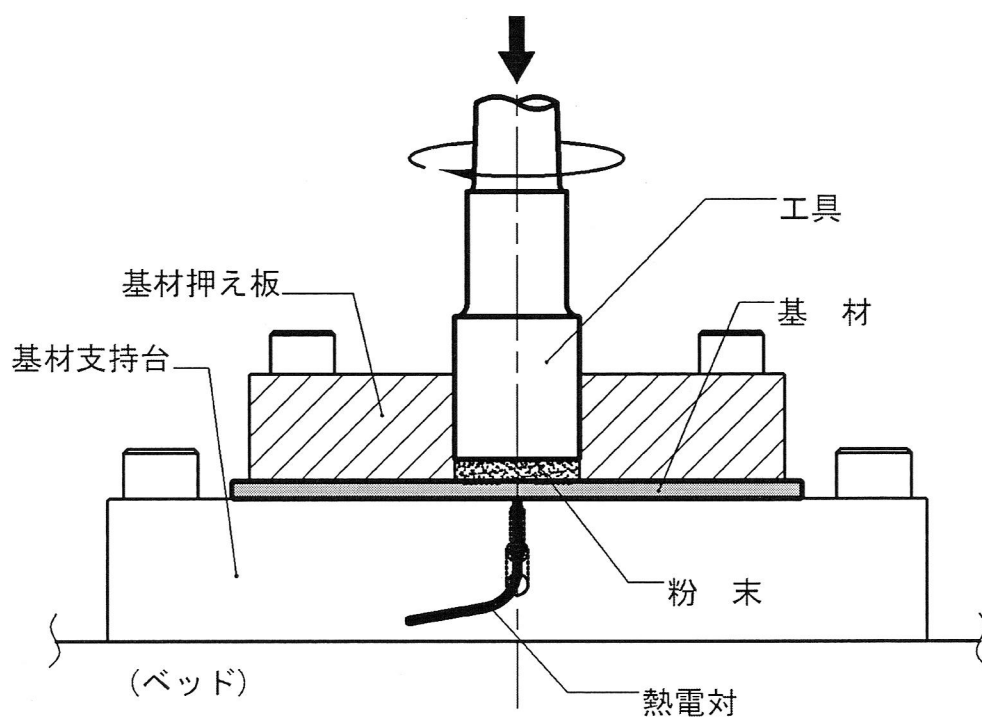


図 2.3 成膜装置主要部概略図

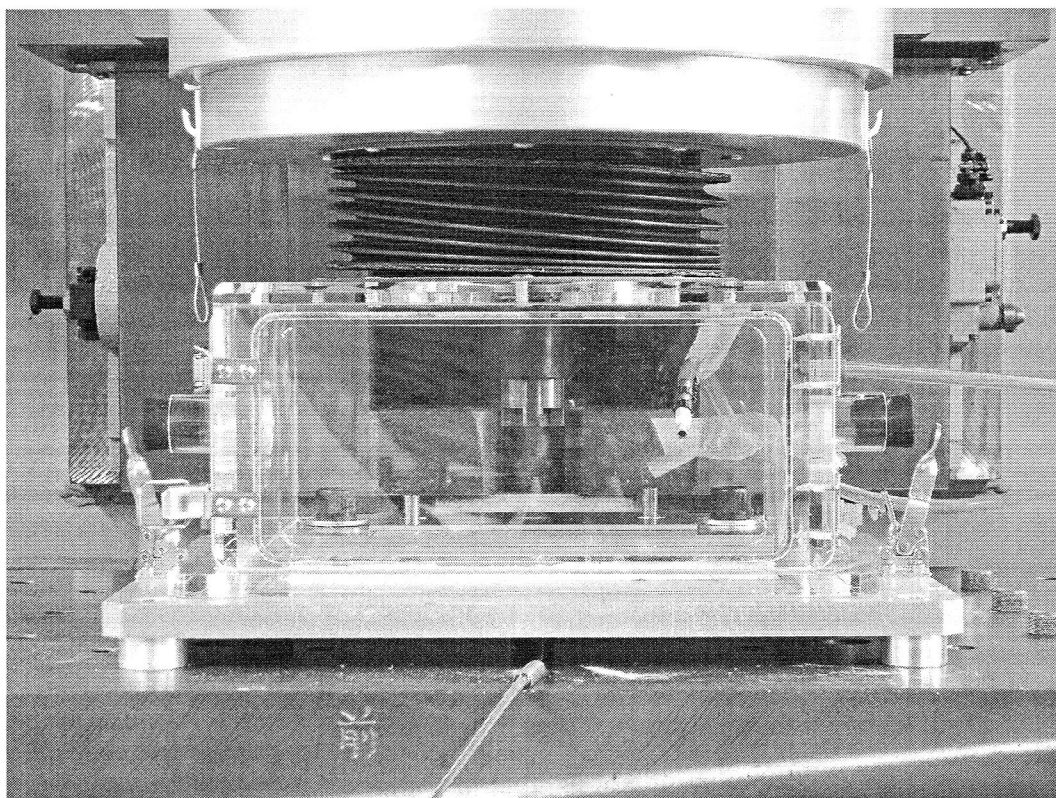


図 2.4 アクリル製チャンバ

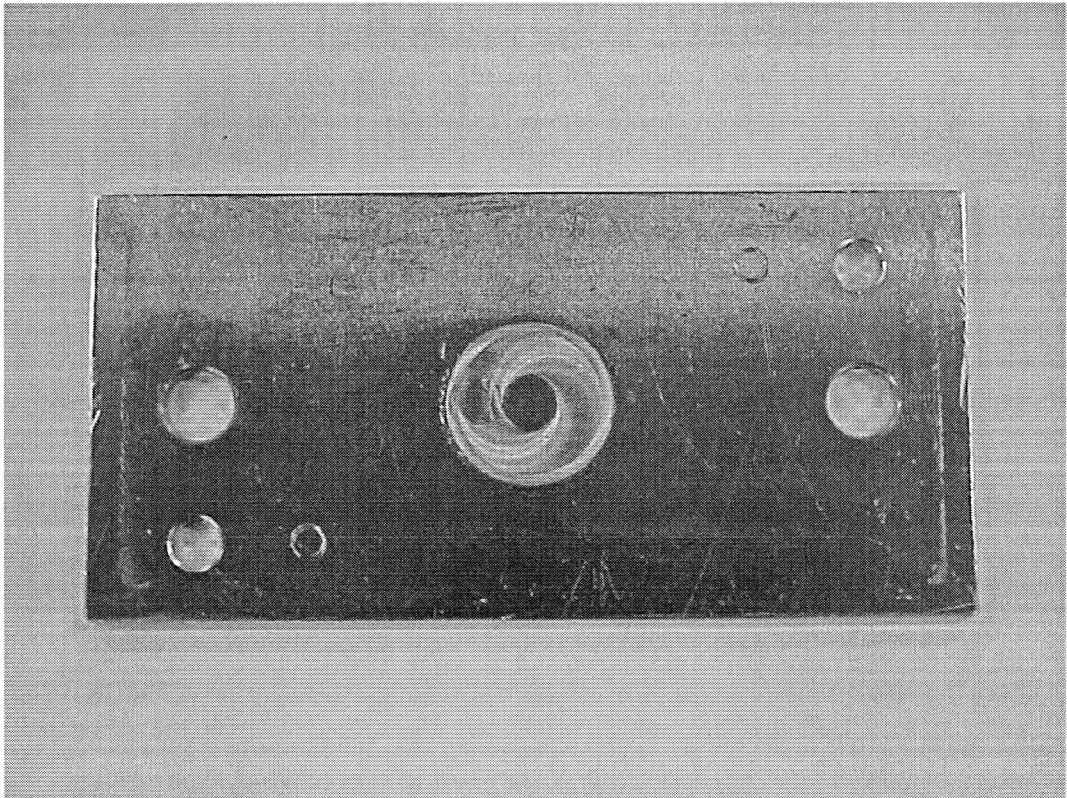


図 2.5 基材

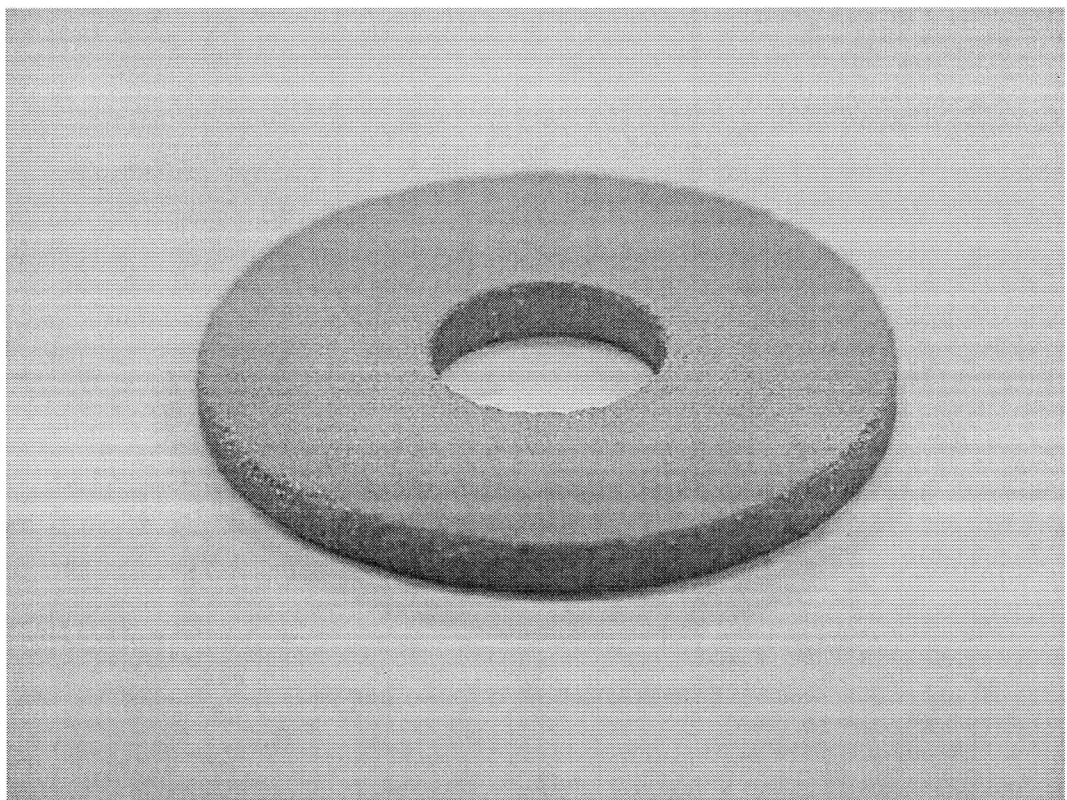


図 2.6 ペレット

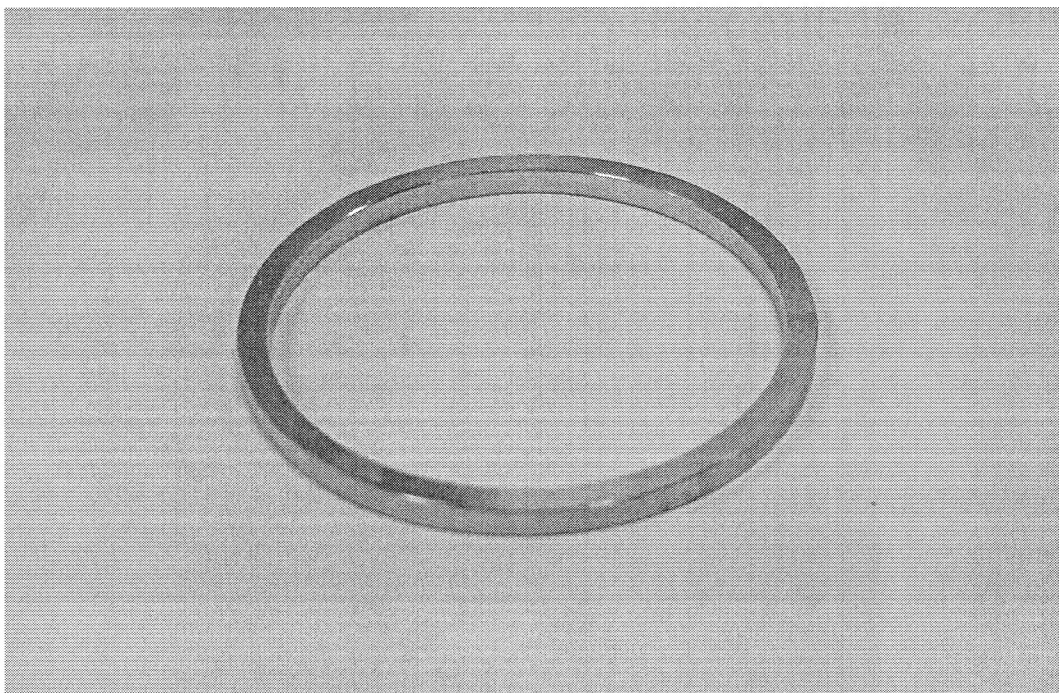


図 2.7 リング

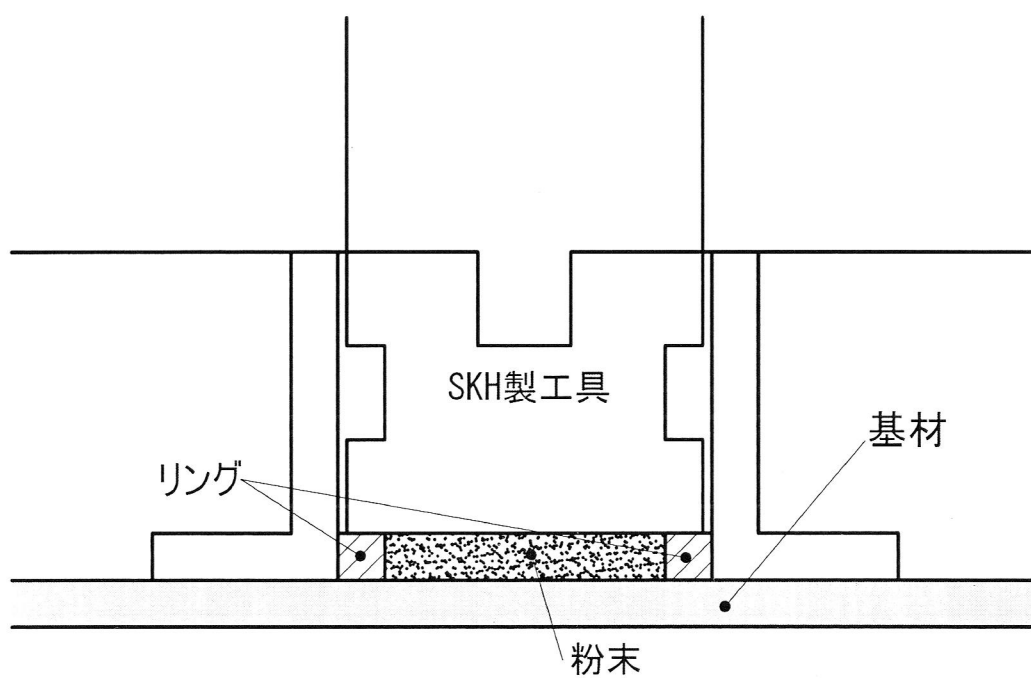


図 2.8 リング使用成膜概略図

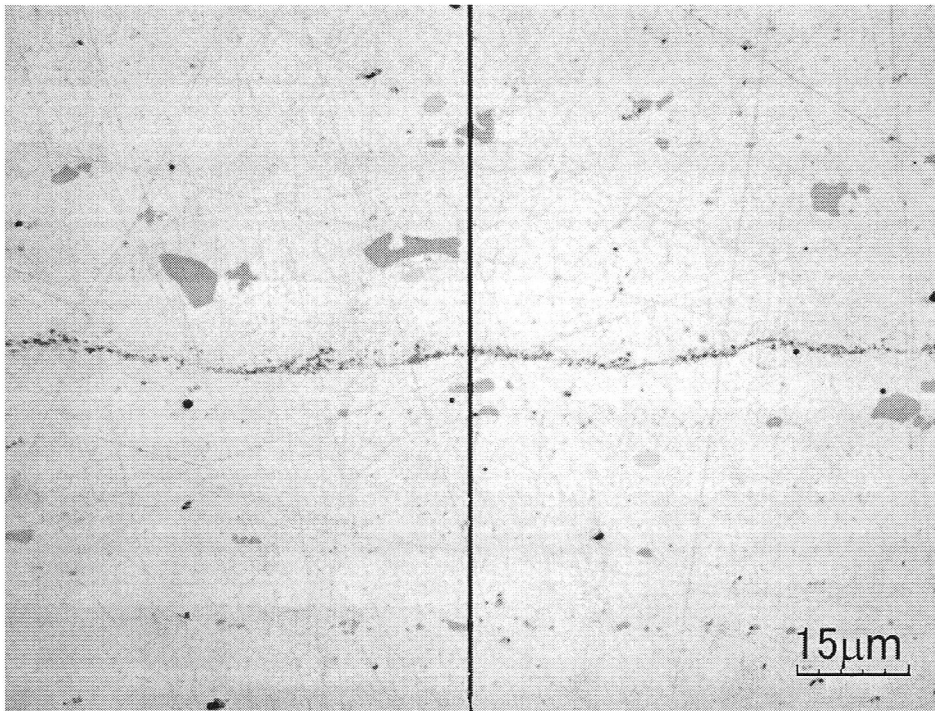


図 2.9 同種材接合実験断面

第 3 章 機械的特性の評価

3.1 はじめに

3.2 外観及び断面，表面観察

3.3 硬さ

3.4 密着力

3.5 ヤング率

3.6 小結

第 3 章 機械的特性の評価

3.1 はじめに

本稿では, 第 2 章で説明した成膜方法で作製された膜のトライボロジー特性を評価するのに先立ち, まずトライボロジー特性に密接に関わる機械的特性として, 外観及び断面, 表面観察, 硬さ, 密着力及びヤング率の測定を行い, それらについて考察を行った.

3.2 外観及び断面, 表面観察

成膜後の膜の外観を観察した後に, 断面及び表面の組織を調べるために, 切り出した膜をベークライトに埋め込み, 耐水研摩紙にて 3000 番まで磨き, 手仕上げで鏡面仕上げを行い, レーザ顕微鏡を用いて観察を行った.

良好な成膜時における ASCM20-5Fe を, 粉末から成膜を行った場合の外観を図 3.1 に, 接着界面付近の断面の様子を観察した結果を, 図 3.2(a)にそれぞれ示す. なお, 図 3.2 の中央より下の白い部分が基材で, 中央より上側が作製された膜である. 図より接着状態は良好であり, また粉末は完全に成膜化されている. なお, 一回の処理で満足いく成膜化がなされない場合には, 粉末を追加して繰り返し摩擦を加えることにより, 例外なく比較的厚い膜(厚さ 2mm 程度の膜)が形成される. そのときの成膜状態および膜断面の様子をそれぞれ図 3.3 と図 3.4 に示す. なお, 図 3.4 の基材に見られる段差は, 基材に設けられた溝である. 図 3.4 より, 粉末を追加して成膜を行っても, その明確な境界は生じておらず, 多層構造状態とはならないことが分かる.

図 3.2(b)に, ペレットを用いて成膜化を行った結果を示す. 接着状態は良好であり, また膜内にほとんど欠陥は見られない. 図 3.5 に示す成膜前のペレットの断面には多くの欠陥が存在するが, 摩擦による激しいせん断と温度上昇により欠陥が消滅したものと考えられ, 本成膜化処理は組織を改質しながら接合を行う処理ということができる. なお, この膜断面の組織自体は粉末による膜の組織に比べて粗大化している. 組織の緻密化をはかる

には、ペレットを作製する際の加熱温度をもう少し低下させる等の考慮が必要である。またこのときの温度上昇の状況を、粉末から成膜を行った場合と併せて図 3.6 に示す。図より成膜に要した時間は、粉末からの場合は約 5min45sec で、ペレットからの場合は約 1min45sec であった。また成膜時の最高到達温度は粉末、ペレットそれぞれ約 464℃, 360℃であった。

またこれらの粉末及びペレットから成膜した膜に対して T6 処理と呼ばれる Al の人工時効硬化処理を行い、処理前との断面組織の違いを比較した。T6 処理の概要を図 3.7 に、T6 処理を行った膜及び ASCM20-5Fe を熱間押出しした後に T6 処理を施したものの断面を、図 3.8 から図 3.9 に示す。T6 処理による組織の変化は小さいが、粉末、ペレット共に組織はやや粗くなっている。また、熱間押出し材の組織は、それらの中間的な組織となっている。

図 3.10 に、ASCM20-5Fe に AlN を 5% から 50% まで混合した粉末、及び AlN10%+C1%, AlN10%+Mo5%, AlN10%+MoS₂1% の粉末を材料とした膜の断面をそれぞれ示す。粉末に他のセラミックスや金属粉末を混合しても、接着状態に大きな変化がないことがわかる。またそれぞれの図に見える黒い部分について、AlN10% 膜の表面付近の断面図及びその高さ方向の状態を図 3.11 及び図 3.12 にそれぞれ示す。これらより、図中の黒い部分は膜内の欠陥ではなく、図 3.12 より鏡面仕上げをした後も膜の組織部分より盛り上がっていることから、組織部分よりもはるかに硬い粒子であることがわかる。図 3.11 に示す粒子に対して EPMA 解析を行った結果を、図 3.13 に示す。これらより、この黒い粒子はポーラスな構造を持つ AlN であると考えられる。これらの粒子は、図 3.14 に示す成膜前の粉末をレーザ顕微鏡により観察したものと粒子の大きさを比較して十分に大きいため、いくつかの粉末がくっついてできたものと考えられる。

続いて ASCM20-5Fe 及び ASCM20-5Fe に AlN を 5% から 50% まで混ぜた粉末の成膜後の表面観察を行った。レーザ顕微鏡で観察を行った結果を、図 3.15 に示す。また、表面の高さ状態を図 3.16 に示す。AlN が 20% 以上になると AlN 粒子が大きくなり、同時に AlN の

持つ空孔が大きくなっていることがわかる。また AlN を 10%, 15%, 20%含む膜では, ASCM20-5Fe の膜には見られない Al と思われる白い他の材料と混ざりあわずに分離している部分が存在している。さらに AlN10%から 20%までを混合された粉末膜では, 図 3.16 に示すように研磨後の表面のうねりが大きくなっており, 部分ごとの硬さの差が大きくなっていることがわかる。また, AlN を 50%含む膜では表面の AlN 量が増えることで表面のうねりこそなくなっているが, ASCM20-5Fe の膜及び AlN5%を含む膜と比較して表面が粗くなっている。AlN を多量に含有することによって組織の均一化, 微細化が阻害されることがわかった。

3.3 硬さ

膜及び比較材の硬さの測定を, マイクロビッカース硬さ試験機を用いて行った。なお負荷荷重は, 2.94N, 保持時間 30sec である。試験片は断面観察と同様に鏡面仕上げを施した。

図 3.17 は基材, 成膜前の ASCM20-5Fe のペレット, ASCM20-5Fe を粉末から成膜したもの, 同粉末のペレットを成膜したもの, 及びその二種類の膜を T6 処理したもの, ASCM20-5Fe を熱間押出し成形したものに T6 処理したものの計七種類の試験片に対して硬さを測定した結果である。これより, 粉末成膜とペレット成膜の間に大きな硬さの差はないものの, やや前者の方が高い硬さを持つことがわかる。なお, 両者とも T6 処理による硬さの変化は見られない。これらの硬さは, 熱間押出し材の硬さとほぼ同じかやや高い。一方, 欠陥の多いペレットの硬さは, それらの半分以下の HV80 程度である。ペレットの成膜前後の硬さが上昇していることから, 本成膜法が成膜すると同時に組織を改質していることがわかる。

次に, ASCM20-5Fe に AlN を加えた膜と AlN10%+C1%, AlN10%+Mo5%, AlN10%+MoS₂1% を材料とした膜の組織部分の硬さ (AlN の塊が見かけ上見られない部分) を測定した結果を図 3.18 に示す。AlN50%の膜については, 硬さを測定するのに十分な面積の部分が少ない為, 測定を行わなかった。これより, これらの材料を加えても組織の硬さには影響が見ら

れない。また、AIN の硬さについては膜の組織部分と同様に荷重を負荷した場合に粒子が砕け硬さが測定できなかったため、負荷荷重 0.98N 保持時間 30sec で測定を行い、HV804 の結果が得られた。

3.4 密着力

膜の密着力の測定を、本研究室で作製された測定装置を用いて行った。図 3.19 に測定装置の外観を、図 3.20 にその概略図を示す。本測定装置は旋盤のチャックにステージが、刃物台にバイトホルダが固定される。その後ステージに試験片を固定し、刃物台を送り、膜端面の界面付近にバイトの刃を押し当てる。そのとき膜にかかる荷重は、バイトホルダに半円形の切り欠きを設けることによって剛性を低くした部分に貼り付けられた抵抗線ひずみゲージを、左右の 2 枚使用して感度良く測定することが可能である。この信号は、動ひずみ計で増幅され、記録計にアナログ的に、あるいは A/D 変換処理をしてコンピュータにデジタル的に記録することが可能である。なお、膜への最大負荷荷重は約 1500N とした。

ASCM20-5Fe を粉末から成膜したもの、及び同粉末に AIN を 5% ずつ 15% まで加えた膜の密着力を測定した結果を図 3.21 に示す。AIN10% の膜については粉末を材料とした場合とペレットから成膜した場合の二通りを測定した。なお、図には参考までに三種類の溶射膜(SUS304 に Al_2O_3 を溶射したもの、SUS304 に WC+12Co を溶射したもの、S45C に Cr_2O_3 を溶射したもの)に対して、同様に測定を行った結果も併記してある。図より明らかなように本成膜装置によって作製された膜は、AIN5% の膜を除いて剥離は生じなかった。剥離は AIN 量の増加が原因で生じたものではなく、成膜状態、及び条件の偶然誤差が影響したものと考えられる。また AIN5% の膜の密着力についても溶射膜のそれと比較すると非常に大きい

また、ASCM20-5Fe をペレットから成膜したものに T6 処理を施すことによって、内部に残留した空気が原因と見られるこぶ状の膨らみが見られたため、T6 処理を行うことによって密着力が十分でなくなる場合があることがわかった。

3.5 ヤング率

基材，ASCM20-5Fe を粉末及びペレットから成膜したもの，及びそれらに T6 処理を行ったもの，同粉末の熱間押出し材に T6 処理を行ったもののヤング率を，本研究室で開発された押し込みによるヤング率測定装置を用いて測定した．測定装置の外観を図 3.22 に，概略図を図 3.23 にそれぞれ示す．この測定装置は試験片に負荷した荷重と圧子の相対接近量から解析的にヤング率を求めるものである．解析結果を，図 3.24 に示す．これより基材のヤング率がやや低いものの他の試験片については大きな違いは見られなかった．

3.6 小結

膜の観察及び機械的特性を評価することにより以下の結論を得た．

- 1) 本研究で開発した成膜装置で，十分な密着力を持つ膜を作製することが可能である．
- 2) 材料を粉末から成膜することによって，同じ粉末を熱間押出し成形したものよりも微細で高い硬さを持つ組織を得ることができる．
- 3) ASCM20-5Fe に AlN を加えても組織の硬さは増加せず，膜中に組織よりもはるかに硬い AlN の粒子を内包した組織が得られる．また AlN の量が 10%を超えると組織の均一化，微細化が阻害される傾向がある．
- 4) ASCM20-5Fe に AlN を加えても密着力への影響は無い．しかし，T6 処理を行うことによって密着力が十分でなくなることがある．
- 5) ASCM20-5Fe を熱間押出ししたものと，摩擦成膜したものではヤング率に大きな差は見られない．

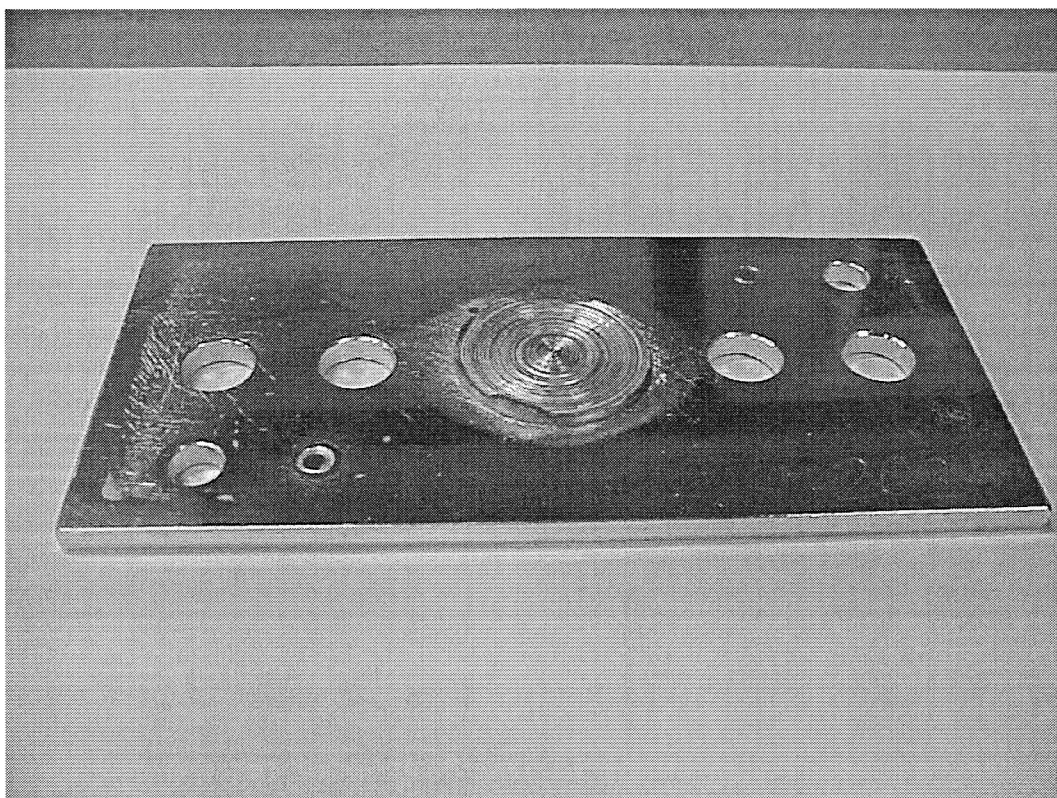
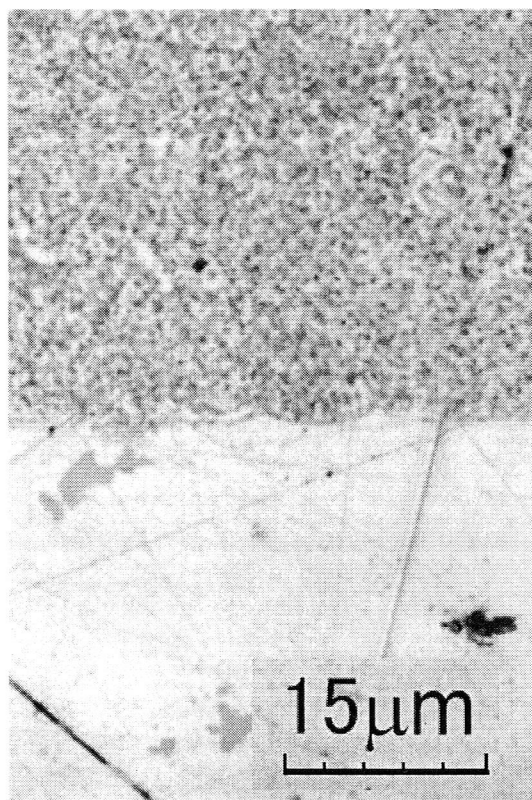
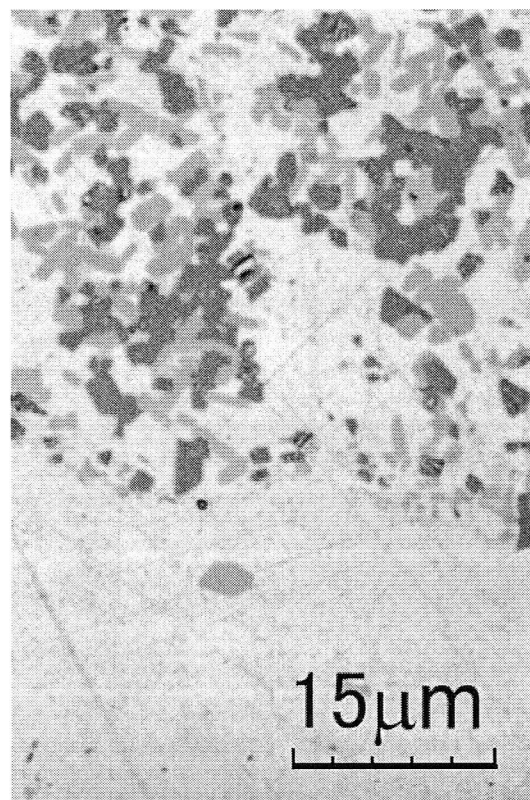


図 3.1 粉末成膜外観



(a)粉末



(b)ペレット

図 3.2 摩擦成膜後の断面

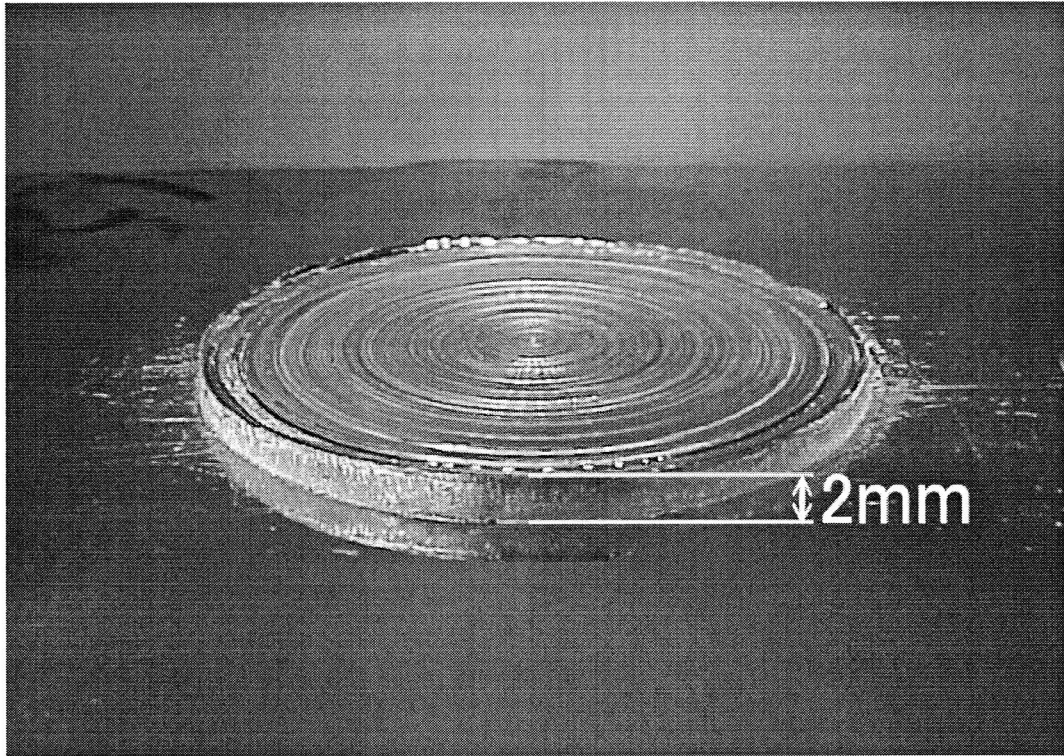


図 3.3 粉末追加による膜の外観

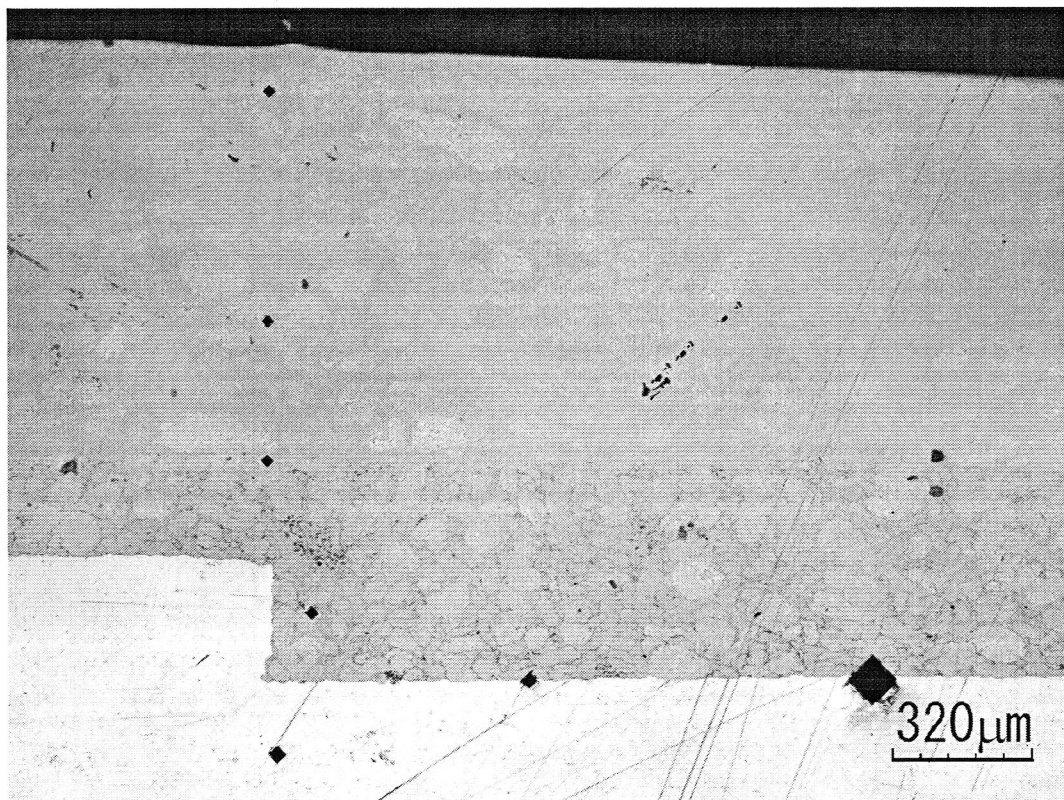


図 3.4 粉末追加による膜の断面

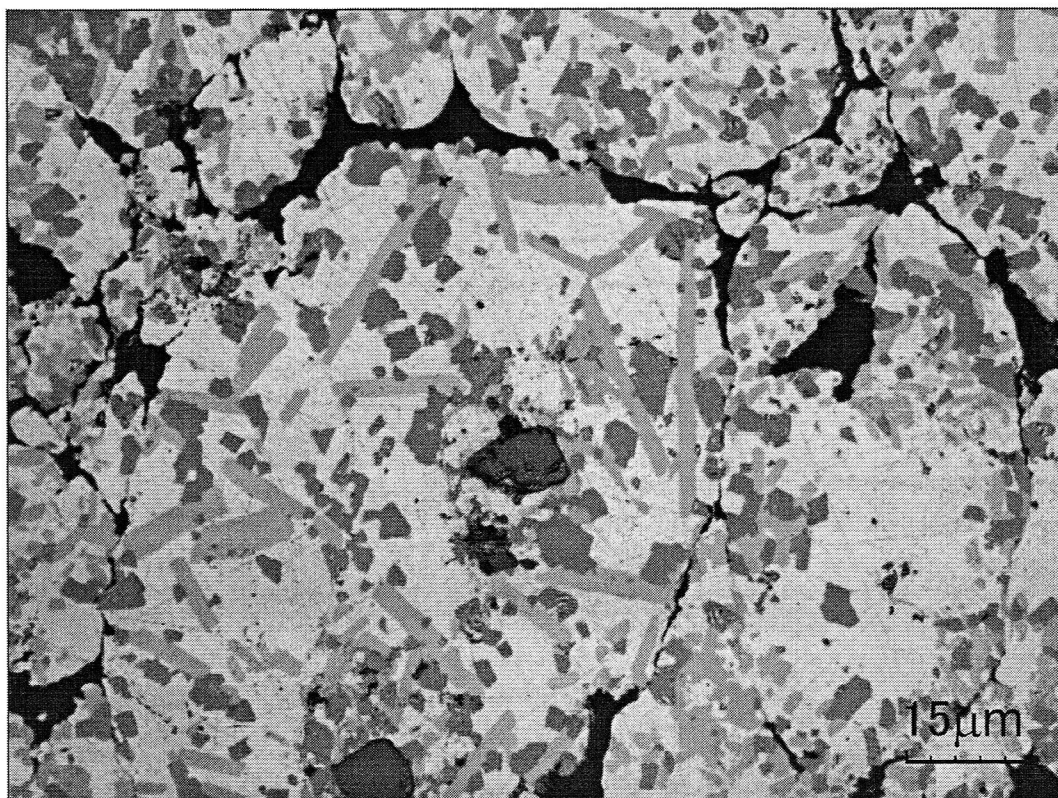


図 3.5 成膜前のペレット断面

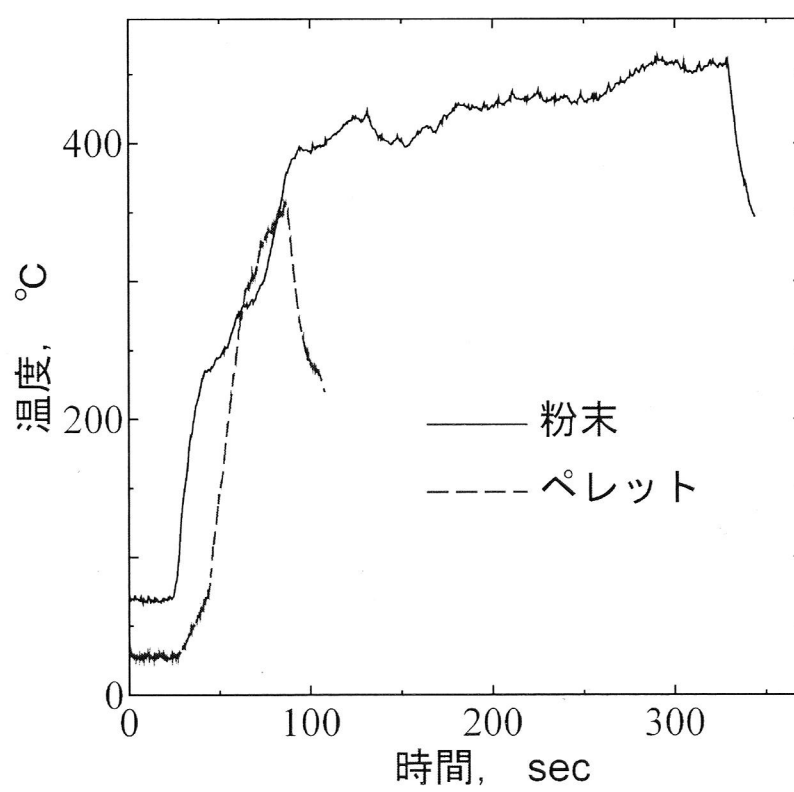


図 3.6 成膜温度

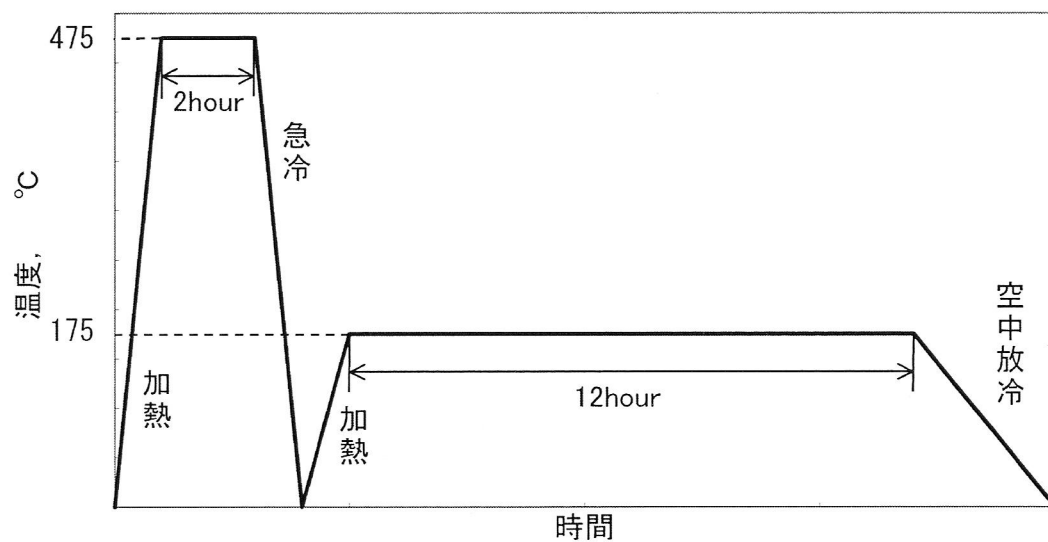
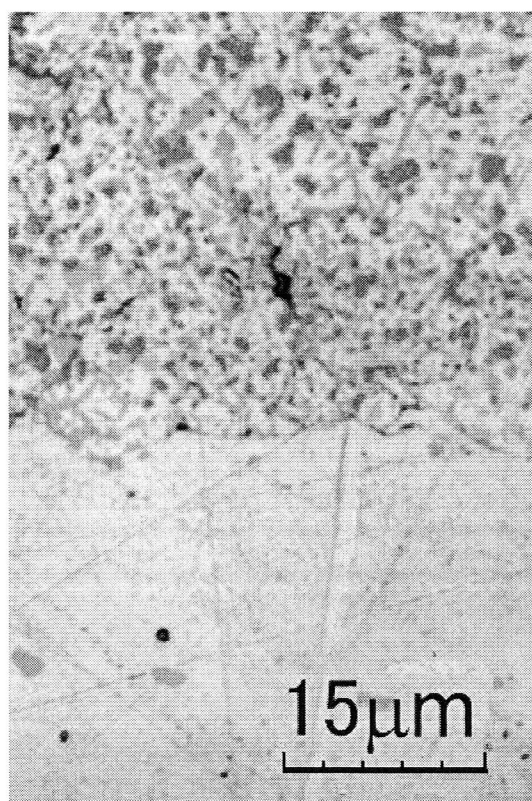


図 3.7 T6 処理概要



(a)粉末



(b)ペレット

図 3.8 ASCM20-5Fe 摩擦成膜 T6 処理後の断面

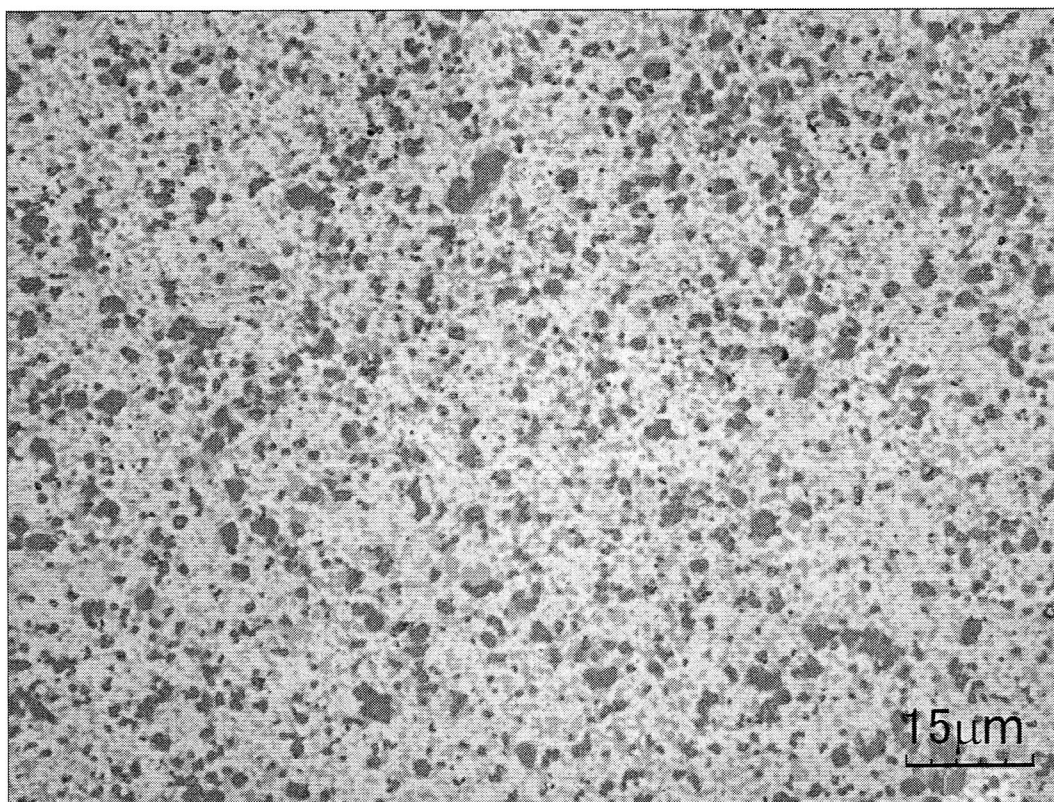
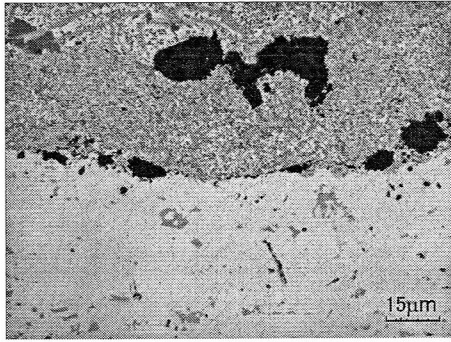
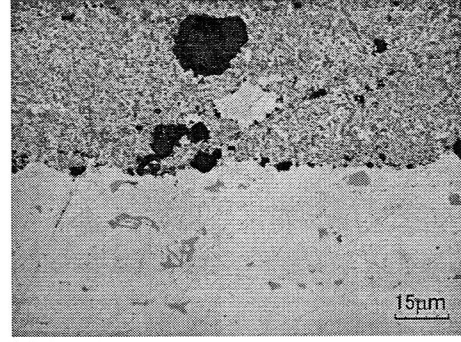


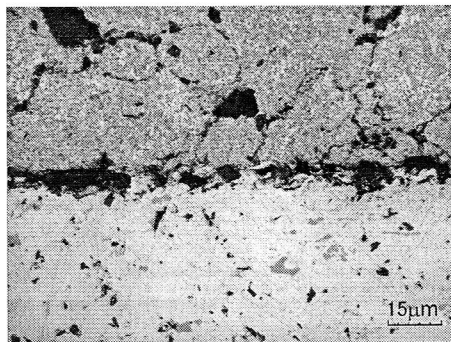
図 3.9 ASCM20-5Fe 熱間押出し材断面



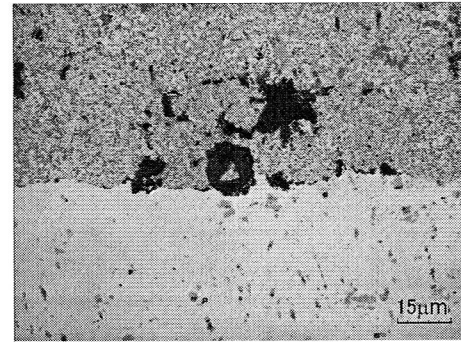
(a) AlN5%



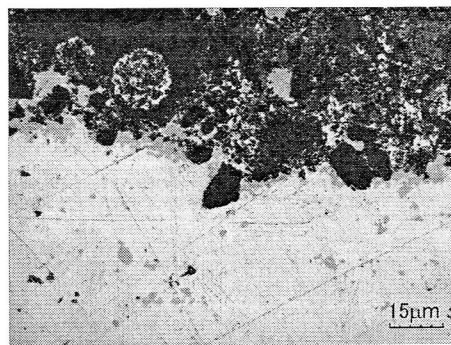
(b) AlN10%



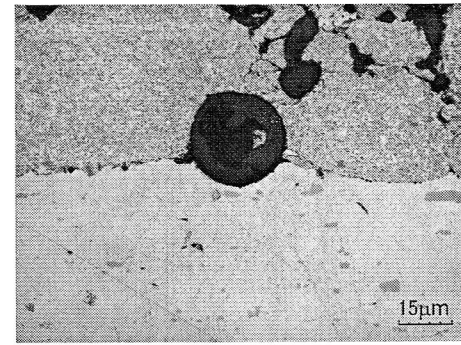
(c) AlN15%



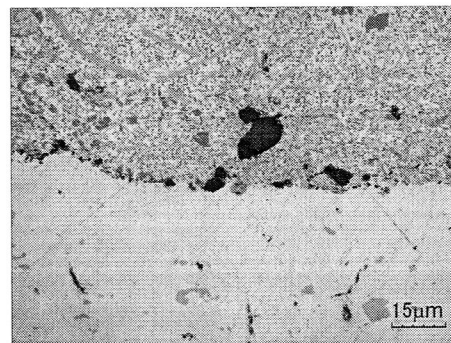
(d) AlN20%



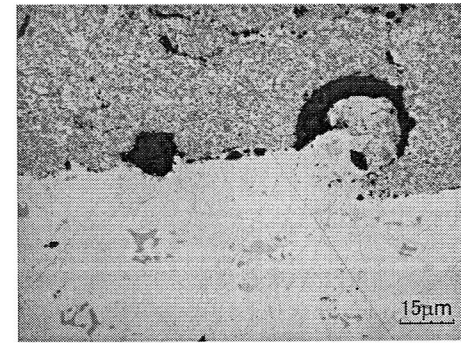
(e) AlN50%



(f) AlN10%+C1%



(g) AlN10%+Mo5%



(h) AlN10%+MoS₂1%

图 3.10 AlN, C, Mo, MoS₂ 混合粉末膜断面

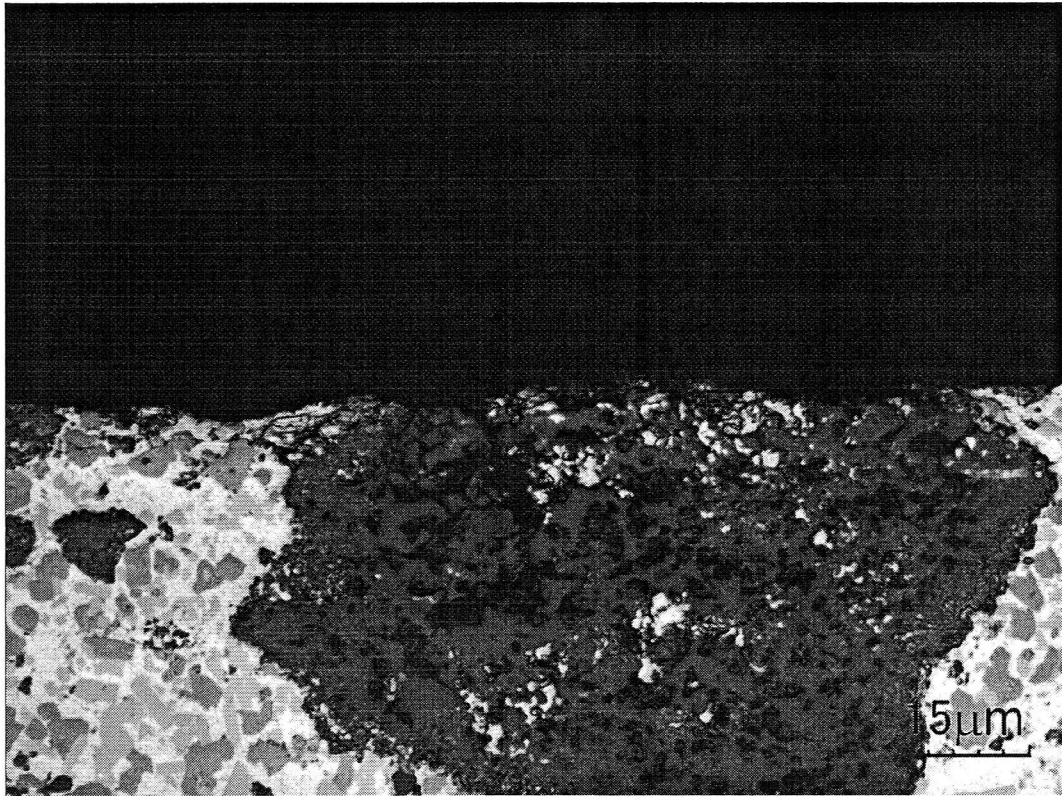


図 3.11 AlN10%含有膜一方向摩耗試験摺動部断面

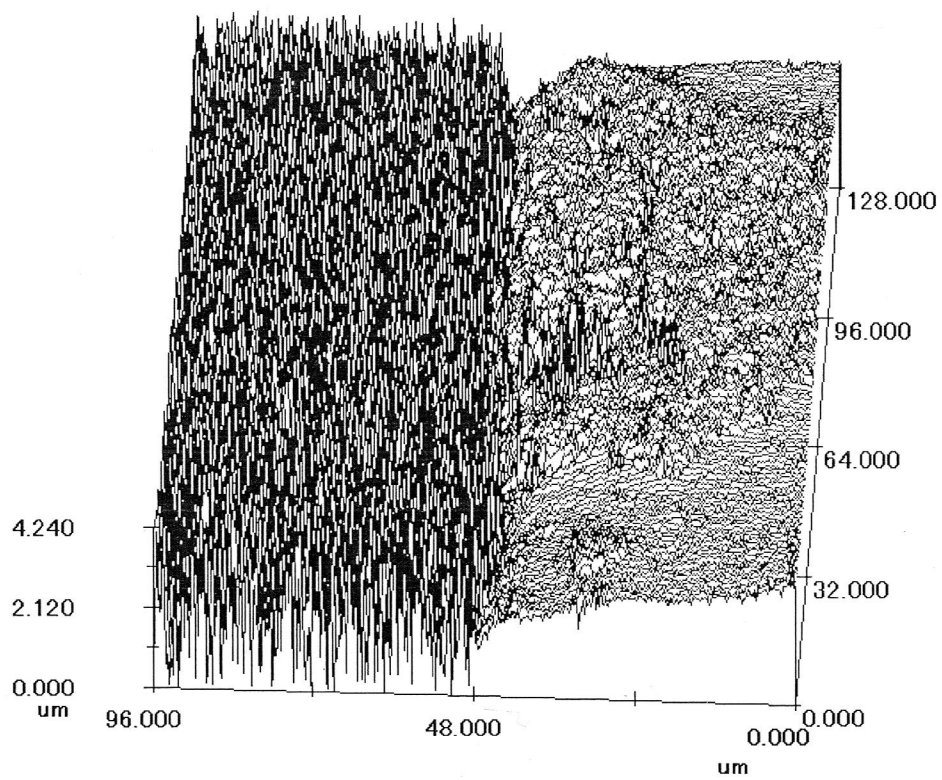


図 3.12 AlN10%含有膜一方向摩耗試験摺動部断面高さ

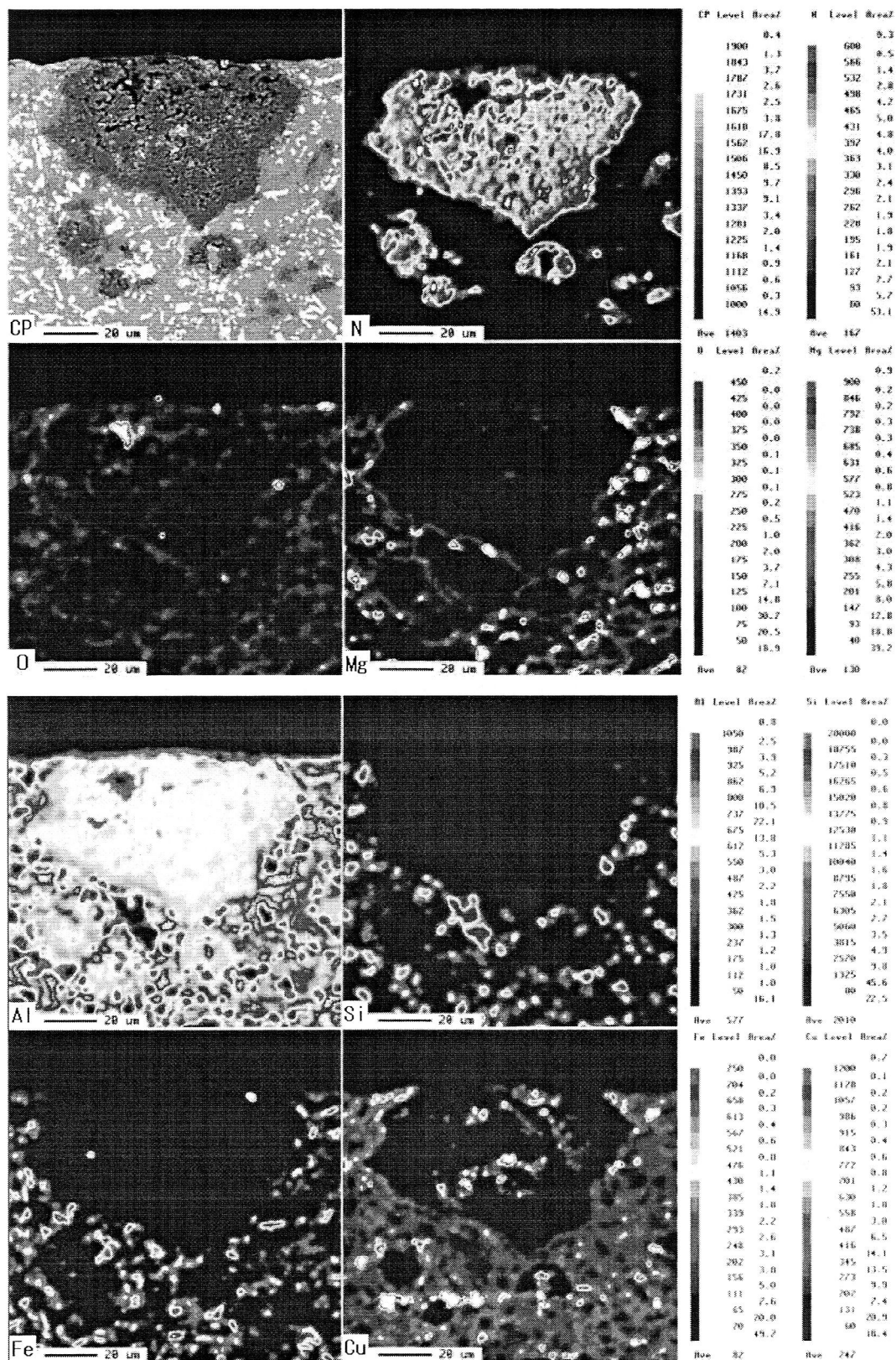


图 3.13 AlN10%混合 ASCM20-5Fe 膜黑色粒块 EPMA 解析

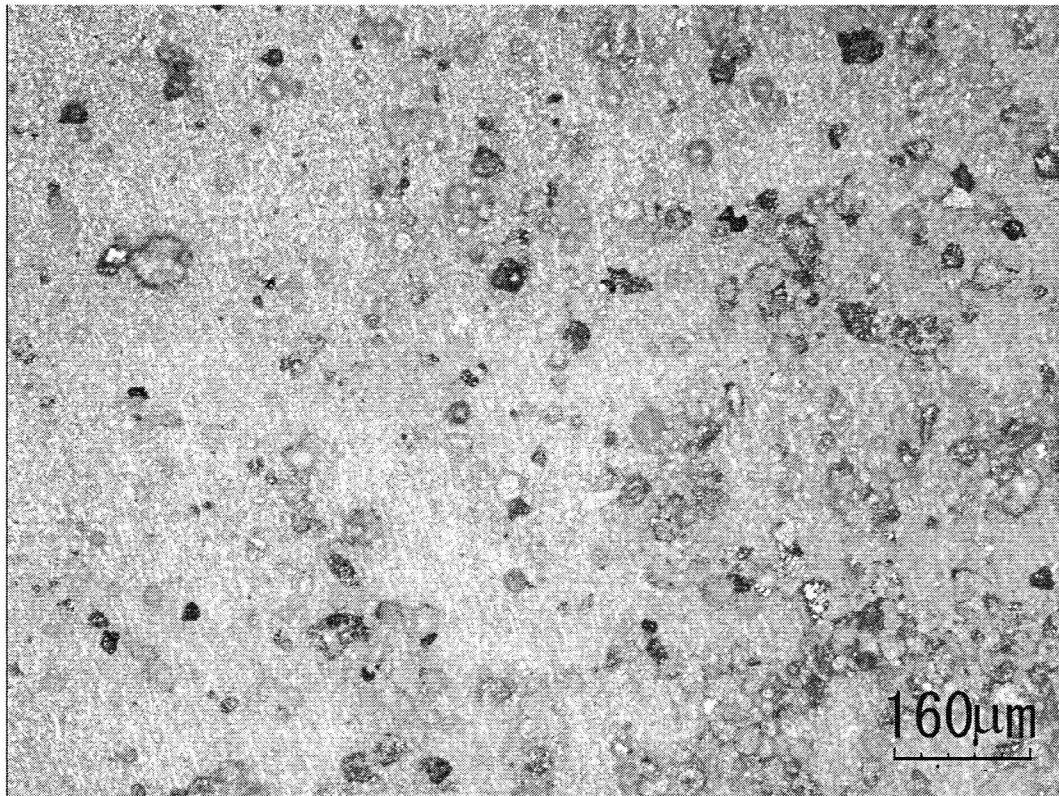
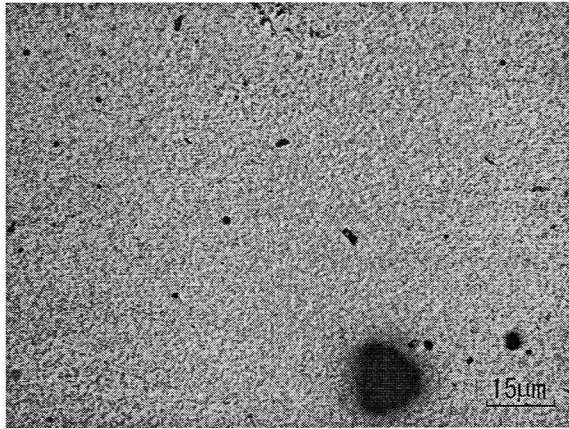
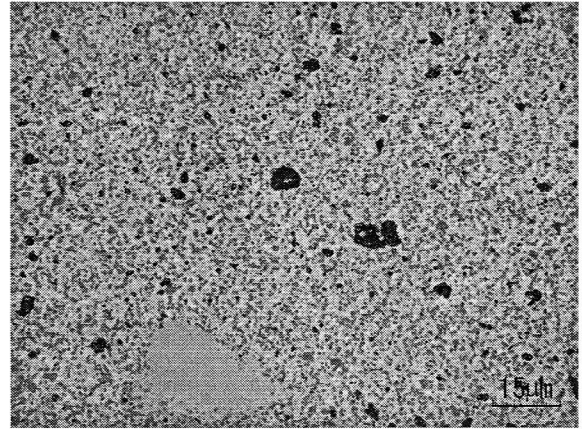


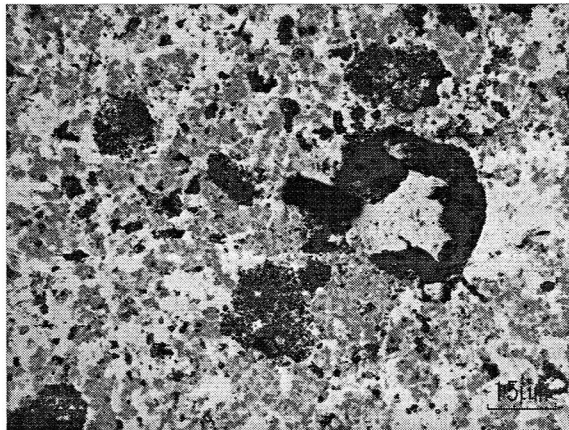
图 3.14 AlN 粉末



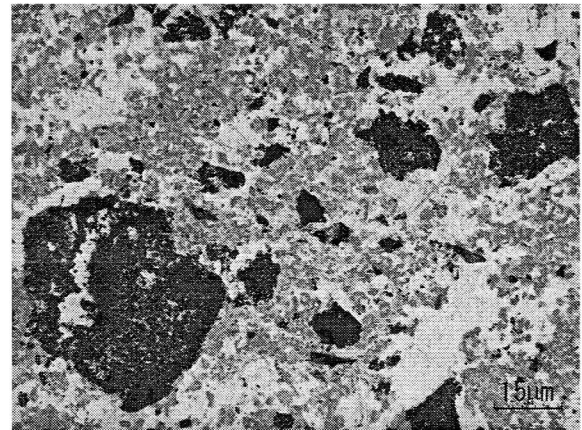
(a)ASCM20-5Fe



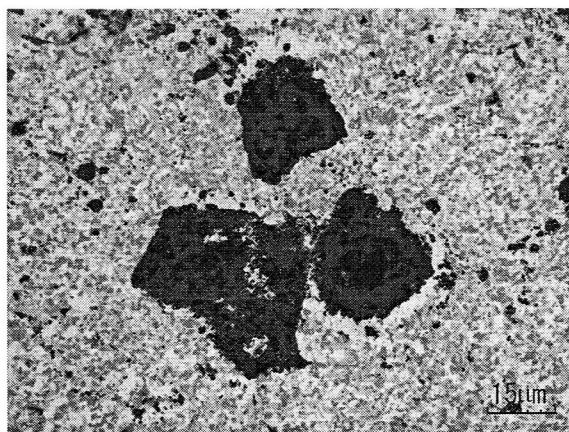
(b)AlN5%



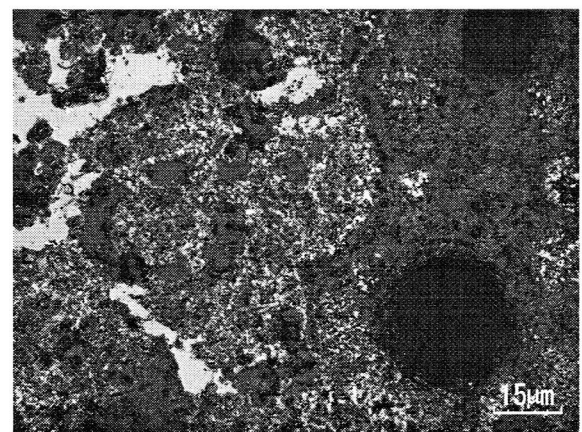
(c)AlN10%



(d)AlN15%

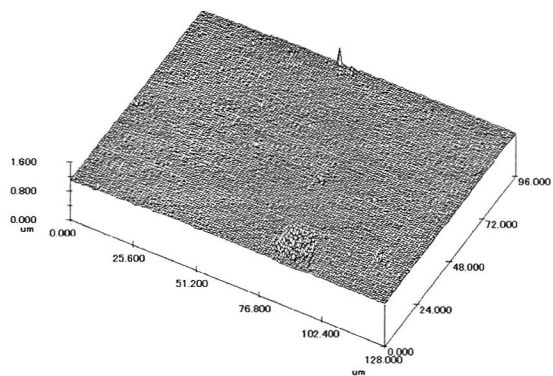


(e)AlN20%

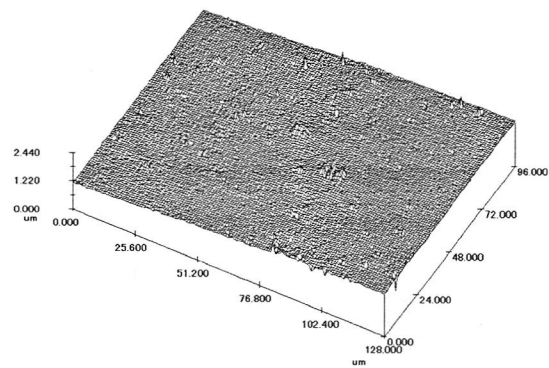


(f)AlN50%

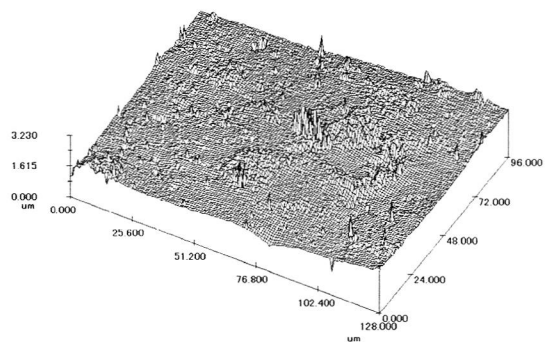
图 3.15 AlN 混合粉末膜表面



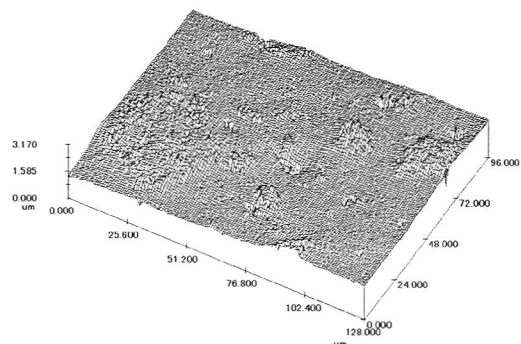
(a) ASCM20-5Fe



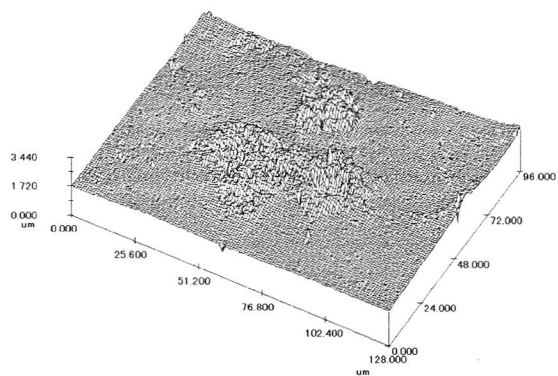
(b) AlN5%



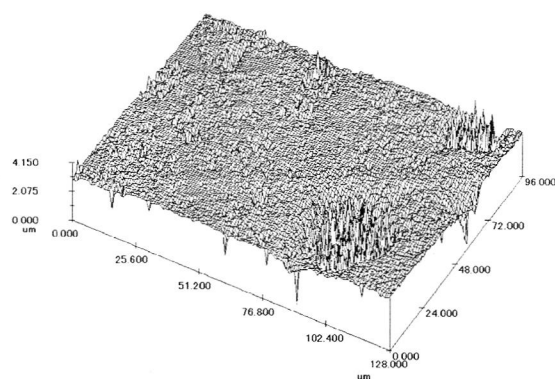
(c) AlN10%



(d) AlN15%



(e) AlN20%



(f) AlN50%

図 3.16 AlN 混合粉末膜表面高さ状態

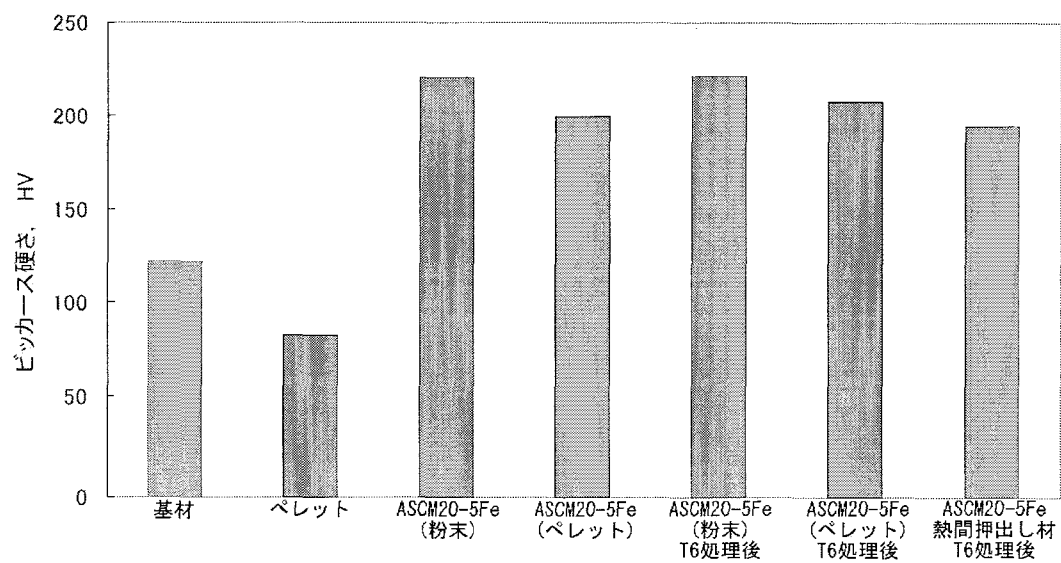


図 3.17 摩擦成膜硬さ

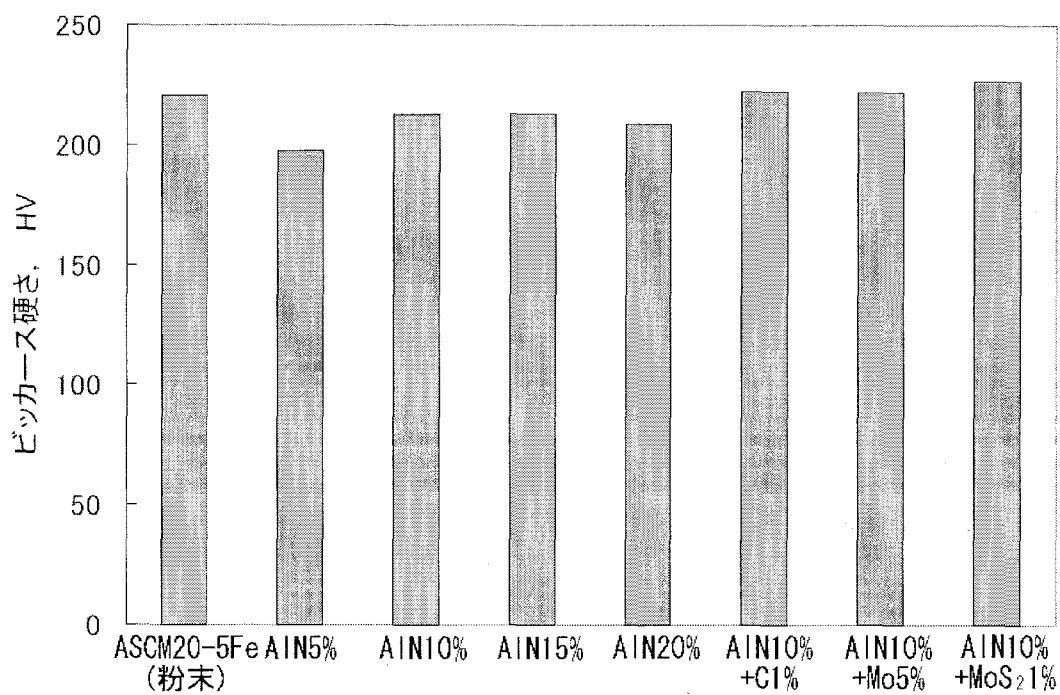


図 3.18 AlN, C, Mo, MoS₂ 混合粉末膜組織部硬さ

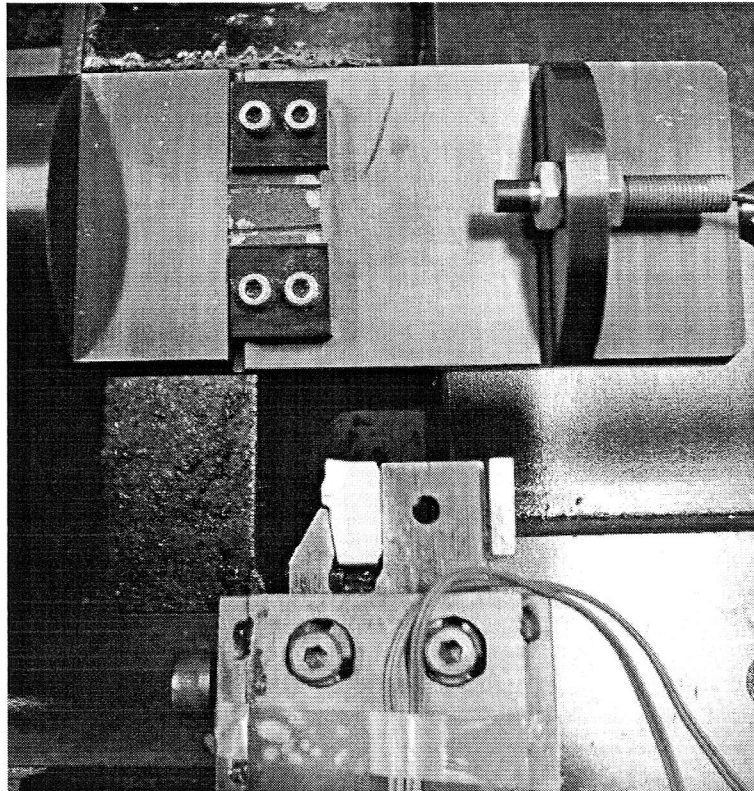


図 3.19 密着力測定装置

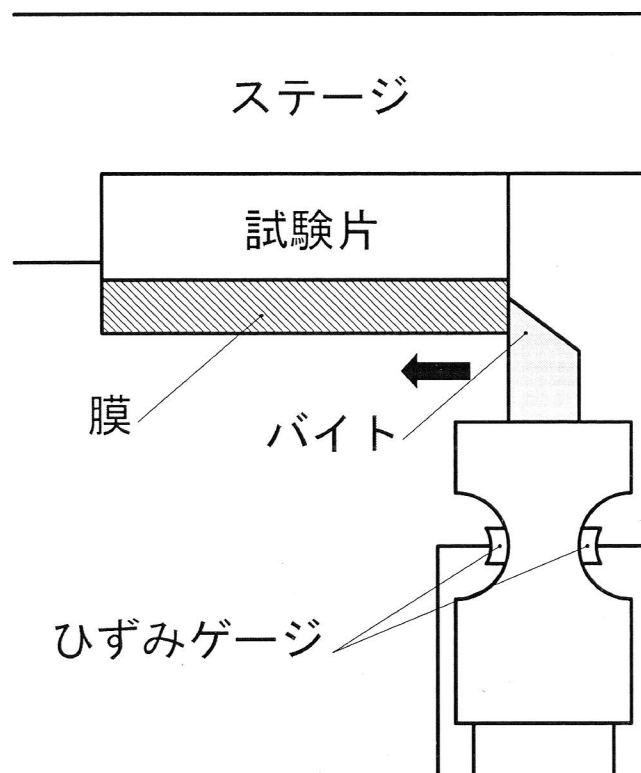


図 3.20 密着力測定概略

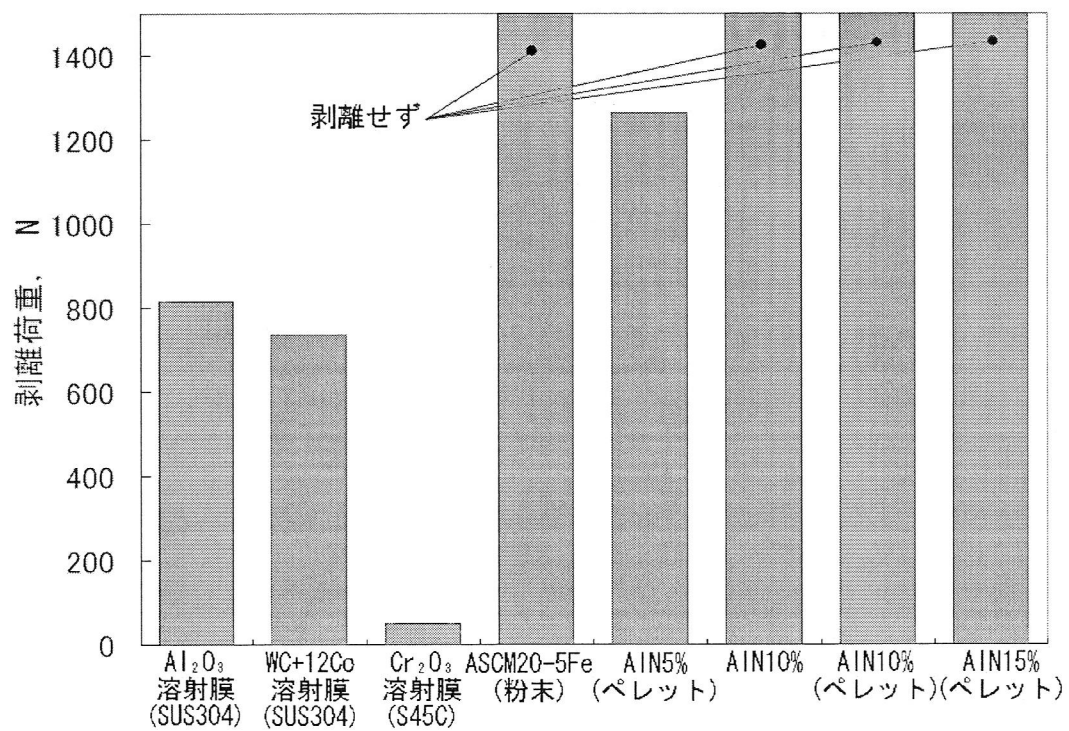


図 3.21 摩擦成膜密着力

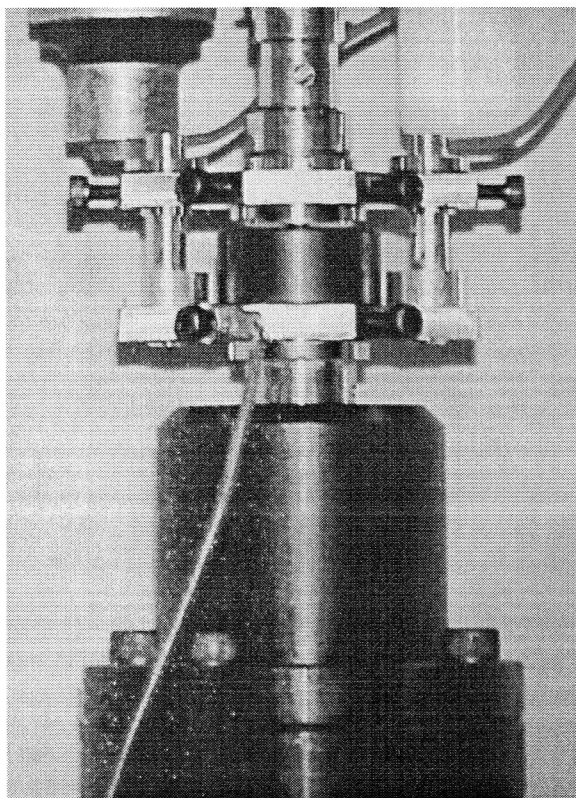


図 3.22 ヤング率測定装置

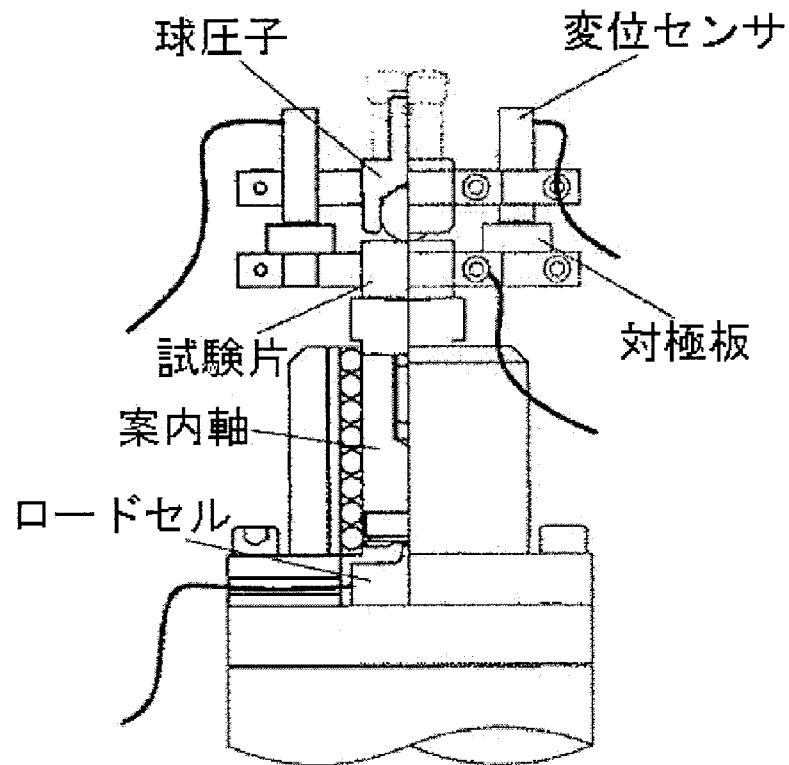


図 3.23 ヤング率測定装置概略図

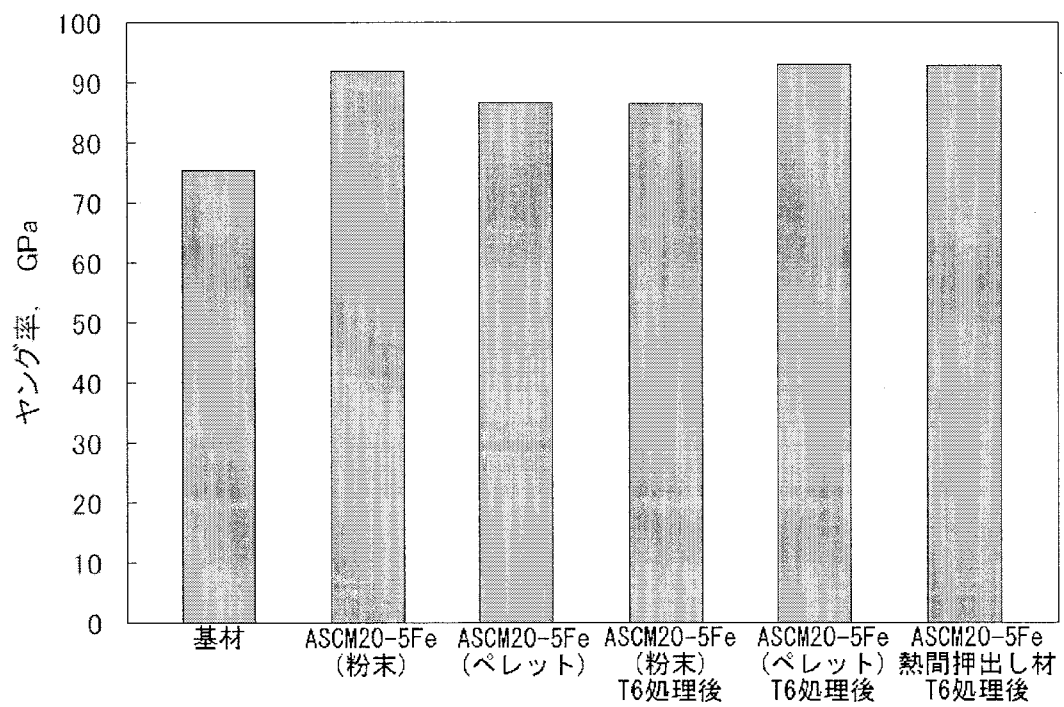


図 3.24 摩擦成膜ヤング率解析結果

第 4 章 トライボロジー特性の評価

4.1 はじめに

4.2 フレッチング試験

4.3 一方向摩耗試験

4.4 摩擦係数測定

4.5 小結

第 4 章 トライボロジー特性の評価

4.1 はじめに

第一章で述べたように、トライボロジー特性に優れたコーティングは実用上重要である。そこで、本章では第三章で述べた機械的特性を踏まえ、作製された膜のトライボロジー特性について述べる。具体的には、耐フレッチング特性、一方向耐摩耗特性、摩擦係数の測定を行いそれらについて考察を行った。

4.2 フレッチング試験

膜の耐摩耗性を調べるために、フレッチング試験を行った。フレッチング試験装置の外観及び概略図を、図 4.1、図 4.2 にそれぞれ示す。試験条件及び使用した試験片は表 4.1 に示す通りであり、試験片は、断面観察と同様に仕上げた後にアセトン中で 10 分間超音波洗浄を施し、ドライヤで十分乾燥させたものを用い、大気中とエンジンオイルである 10w-30(動粘度 70cSt@40℃, 10.4cSt@100℃)を用いた潤滑中において試験を行った。摩耗量は試験後の摩耗痕をレーザ顕微鏡で観察し、その面積の大きさを測定し、評価した。試験終了直前の大気中の摩擦係数を図 4.3 に、10w-30 油中の摩擦係数を図 4.4 にそれぞれ示す。摩擦係数については 10w-30 潤滑中において基材が他の試験片よりもやや大きな値を示したが、大気中及び 10w-30 潤滑中でそれぞれの試験片に大きな違いは見られなかった。大気中での試験後の摩耗痕の様子を図 4.5 に、潤滑中での試験後の摩耗痕の様子を図 4.6 に、大気中の摩耗痕の面積をまとめたものを図 4.7 に、10w-30 油中の摩耗痕の面積をまとめたものを図 4.8 にそれぞれ示す。摩耗痕の面積については潤滑中において基材と比較して、ASCM20-5Fe を材料とした膜及び同粉末の熱間押出し材は摩耗量が約 1/3 程度となったが、大気中においてこれらの材料はあまり摩耗量に差が無いが摩耗量が大きくなっていた。これは本試験方法において大気中では摩擦界面から摩耗粉が排出されにくいため、一度脱落した ASCM20-5Fe に含まれる Si 等の硬質粒子が、膜のアルミ素地を傷つけるためと

考えられる．そのため，図 3.2 に示すように，組織が粗く，粒子の大きいペレットから成膜されたものの方が Al 素地を傷つけ易く，摩耗量が多くなっている．

4.3 一方向摩耗試験

フレッチングと異なる条件での膜の耐摩耗性を調べるために，一方向摩耗試験を行った．試験装置の外観を図 4.9 に概略図を図 4.10 に，試験条件を表 4.2 にそれぞれ示す．この試験は旋盤を利用した，ボールオンディスク試験を 90 度横向きにした状態で行うものであり，その概要は，旋盤のチャックに固定された治具に成膜された基材をネジ止めし，刃物台に相手材となる直径 3/8inch の球を固定したアームを固定するというものである．その後刃物台を送り，一定の荷重が負荷されるように球を膜に接触させた状態で旋盤を回転させる．そのとき負荷される荷重，及び摩擦力は，それぞれ抵抗線ひずみゲージをアームの板バネ部に 2 枚，半円形状の切り欠き部に 2 枚接着したもので感度良く測定することが可能である．本研究では相手材に SUJ2 及び Al_2O_3 の球を使用し，大気中で試験を行った．使用した試験片を表 4.3 に示す．また各試験片は，実験を行う前に平面研削を行った後に耐水研磨紙を用いて 1200 番まで研磨し，その後アセトン中にて 10 分間超音波洗浄を行いドライヤで十分に乾燥して使用した．摩耗量の評価は，試験片の試験前後の重量の差を精密天秤を用いて測定することによって行った．

相手材に SUJ2 を用いた場合の一方向試験後の試験片を，図 4.11 に示す(なお ASCM20-5Fe 及び $\text{AlN}10\%$ をペレットから成膜したものについては，外観が粉末から成膜したものと類似しているため省略した． $\text{AlN}5\%$ の膜については，内側の摺動直径が小さいものが今回の実験の摺動痕である)． $\text{AlN}10\%+\text{C}1\%$ 膜などに見られる外周部の白い部分は，成膜に使用したリングが残ったものである．相手材が SUJ2 の場合では，外観を三つのグループに分けることができる．すなわち摺動痕の底面及び円周部ともに凹凸のあるもの(基材)，底面のみ凹凸があり円周部がなめらかなもの(ASCM20-5Fe, $\text{AlN}5\%$)，底面及び円周部ともになめらかなもの($\text{AlN}10\%$ ， $\text{AlN}15\%$ ， $\text{AlN}10\%+\text{C}1\%$ ， $\text{AlN}10\%+\text{Mo}5\%$ ， $\text{AlN}10\%+\text{MoS}_21\%$)の三種

類である。ASCM20-5Fe に AlN を加えることによって、摺動痕が小さくなめらかになっていくことがわかる。また C, Mo, MoS₂ を加えても摺動痕に違いは見られない。図 4.12 に相手材に Al₂O₃ を用いた場合の各試験片の外観を示す。試験後の外観は底面のみ凹凸があり円周部が滑らかなもの(ASCM20-5Fe, AlN5%, AlN10%), 底面及び円周部ともに滑らかなもの(AlN15%, AlN20%, AlN50%)の二種類に分けられる。同じ AlN の量の膜でも SUJ2 を相手材としたときよりも摺動痕は大きく、より粗くなっていることがわかる。なお AlN50%を含む膜は、試験中に図 4.13 に示す剥離が見られた。

相手材に SUJ2 を用いた試験の摩耗量のうち、基材、ASCM20-5Fe 及びその粉末に AlN のみを混合した膜のものを図 4.14 に示す。AlN を 5% 加えたもので大きく摩耗量は低下し、それ以上 AlN を加えても摩耗量に大きな違いは見られない。これは、断面観察で述べたように AlN を加えることによって組織中に硬さの大きい AlN 粒子を含有するためであり、この粒子が荷重を受け持つことで組織部分の摩耗を防いでいるためと考えられる。なお、AlN を 10% 含む膜では、粉末を材料とする膜のほうがペレットを材料とした膜よりも摩耗量が小さく、粉末を材料とする膜で摩耗量をもっとも小さくなっている。また、試験前後の球の摩耗量の差を精密天秤で測定したところ、AlN を 15% 含むものについてのみ認め得るほどに球が摩耗していた。以上より、相手材に SUJ2 を用いた場合、AlN10% を粉末から成膜したものが、もっとも耐摩耗性に優れていることがわかった。

相手材に SUJ2 を用い、AlN10% を含む ASCM20-5Fe にさらに C1%, Mo5%, MoS₂1% を加えた膜に対して、一方向摩耗試験を行った摩耗量の結果を、図 4.15 に示す。なお図には、AlN10% のみを混合した膜の結果も併記した。図より、粉末の成分を変えたことによる耐摩耗性の向上は見られなかった。

相手材に Al₂O₃ を用いた試験の摩耗量の結果を、図 4.16 に示す。摩耗量は、AlN を加えることにより ASCM20-5Fe のみのものより減少している。また AlN10%, AlN15% の膜より AlN5% の膜の方が摩耗量が小さく、AlN20% の膜で摩耗量が最小となっている。これは、相手材が膜の組織よりはるかに硬い場合、表面観察の図 3.15 より AlN の量が増えるにつれ

て組織中に Al の集まった部分が存在するようになり、摩耗量が AIN15%まで増えるが、AIN の量が 20%まで増えると AIN が荷重を受け持つ面積が大きくなり Al の集まった部分の摩耗量が減少したためと考えられる。以上より相手材に Al_2O_3 を用いた場合 AIN を 20%混合した膜がもっとも耐摩耗性に優れていることがわかった。

なお、測定された摩擦係数については、試験中に球が固定されているアームが振動し、球が浮かび上がった後に膜に打ち付けられることが起き、正確に測定されていないと判断し、参考値として扱った。

4.4 摩擦係数測定

一方向摩耗試験によって正確に測定することができなかった各試験片の摩擦係数を、パウデン・レーベン式摩擦試験装置によって測定した。装置の外観を図 4.17 に、概略図を図 4.18 に示す。装置の概要はステージに試験片を固定した後、圧子上部に重錘をのせることによって荷重を負荷し、その後モータの動力をベルトとプーリを介することによって伝達しステージを動かし、試験片と圧子を摩擦させる。そのとき生じる摩擦力は、圧子を固定するアームの板バネ部に貼り付けられた 2 枚の抵抗線ひずみゲージによって測定される。この信号は、密着力測定装置と同様に、コンピュータにデジタル的に記録することが可能である。また、ステージの移動する方向は、1 軸 2 方向にスイッチによって切り替えることが可能である。今回の実験では、試験片表面に存在するほこり等のごみを除去した後に正確な摩擦係数を測定するため、試験片と圧子を 3mm の幅で 1 往復半摺動させ、最後の 3mm の摩擦係数を測定し、その平均値を比較した。試験片はあらかじめ一方向摩耗試験と同様に仕上げたものを、相手材には直径 3/8inch の SUJ2 球を使用した。

ASCM20-5Fe 及び ASCM20-5Fe に AIN を 50%まで加えた膜の摩擦係数測定結果を、図 4.19 に示す。これより、AIN を加えることによって摩擦係数が減少することがわかる。また AIN5%の膜においてもっとも摩擦係数が小さいという結果が得られた。これは、表面観察より、AIN が 10%以上になると Al の集まる部分が生じ、その結果、表面のうねりが大き

くなる為である。さらに AlN の量が増え 20%程度になると、球と AlN の接触する面積が大きくなり、測定範囲内の摩擦係数の平均値が減少する。また AlN が 50%まで増えると表面のうねりが無くなり、より摩擦係数が小さくなるものと、図より考えられる。さらに AlN5%の膜よりも 50%の膜のほうが摩擦係数が大きいのは、図 3.16 より、AlN が 50%になると組織のほとんどが AlN となり、研摩した際に生じた組織部分との段差と自身のポーラスな構造により表面が粗くなっているためと考えられる。

次に ASCM20-5Fe に AlN10%を加えたものにさらに C1%, Mo5%, MoS₂1%を加えた粉末材料を成膜したものの摩擦係数測定結果を、図 4.20 に示す。図よりもっとも摩擦係数の下がった膜が C1%を加えたものであることが明らかである。また、摩擦特性に優れている Mo, MoS₂ を混合した膜のトライボロジー特性が向上しないことからこれらの金属が摩擦成膜によって酸化のような変質を起こしていると考えられる。

4.5 小結

作製された膜のトライボロジー特性を調べた。以下がその結論である。

- 1) 摩擦成膜により作製された膜は、フレッチング試験のような摩耗粉が排出されにくい条件において、大気中では摩耗量が基材よりも大きくなるが、潤滑された条件では基材よりも小さくなる。
- 2) 一方向摩耗試験のように摩耗粉が容易に排出される条件においては、大気中で摩擦成膜により作製された膜の方が基材よりもはるかに優れた耐摩耗性を有する。また相手材が SUJ2 の場合、AlN を混合する量が 10%のときもっとも優れた耐摩耗性を有し、相手材が Al₂O₃ の場合 20%のときもっとも優れた耐摩耗性を有する。
- 3) 本研究で作製された膜の中でもっとも摩擦係数が低いのは、AlN5%のものである。
- 4) 耐摩耗性及び摩擦係数は ASCM20-5Fe に加えた AlN の量だけでなく組織の状態も密接に関係していることがわかった。
- 5) 使用する材料によっては摩擦成膜によって変質し、その特性が損なわれることがある。

表 4.1 フレッチング試験条件

雰囲気	大気中	10w-30市販油中
相対振幅	89.37±8.32	98.12±0.43
相手材	SUJ2	
負荷荷重	9.8N	
繰り返し数	5×10 ⁴	
温度	21±3℃	
相対湿度	26±6%RH	
試験片	基材, ASCM20-5Fe(粉末), ASCM20-5Fe(ペレット), ASCM20-5Fe(熱間押し材)T6処理後	

表 4.2 一方向摩耗試験条件

雰囲気	大気中
相手材	SUJ2, Al ₂ O ₃
負荷荷重	9.8N
摺動直径	18mm
回転数	695rpm
摺動距離	1km
相対温度	24±5.5℃
相対湿度	55.5±6.5%RH

表 4.3 一方向摩耗試験試験片

相手材SUJ2	相手材Al ₂ O ₃
基材	ASCM20-5Fe (粉末)
ASCM20-5Fe (粉末)	AlN5%
ASCM20-5Fe (ペレット)	AlN10%
AlN5% (ペレット)	AlN15%
AlN10%	AlN20%
AlN10% (ペレット)	AlN50%
AlN15% (ペレット)	
AlN10%+C1%	
AlN10%+Mo5%	
AlN10%+MoS ₂ 1%	

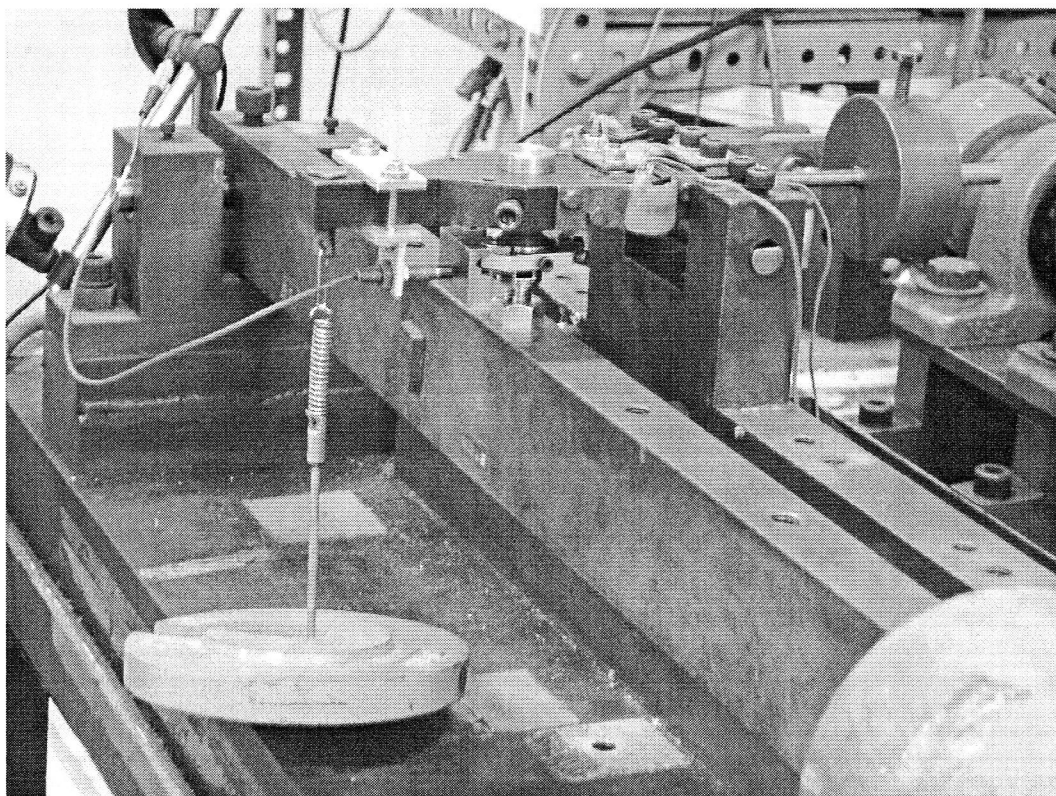


図 4.1 フレッチング試験装置

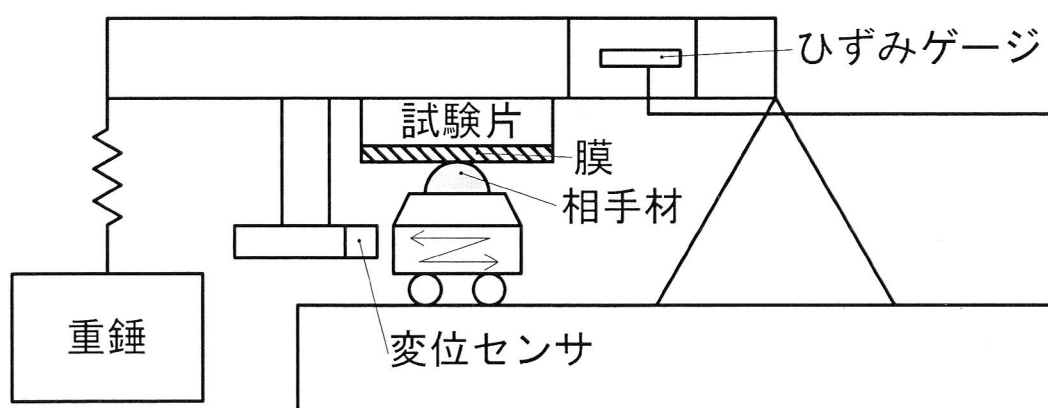


図 4.2 フレッチング試験装置概略図

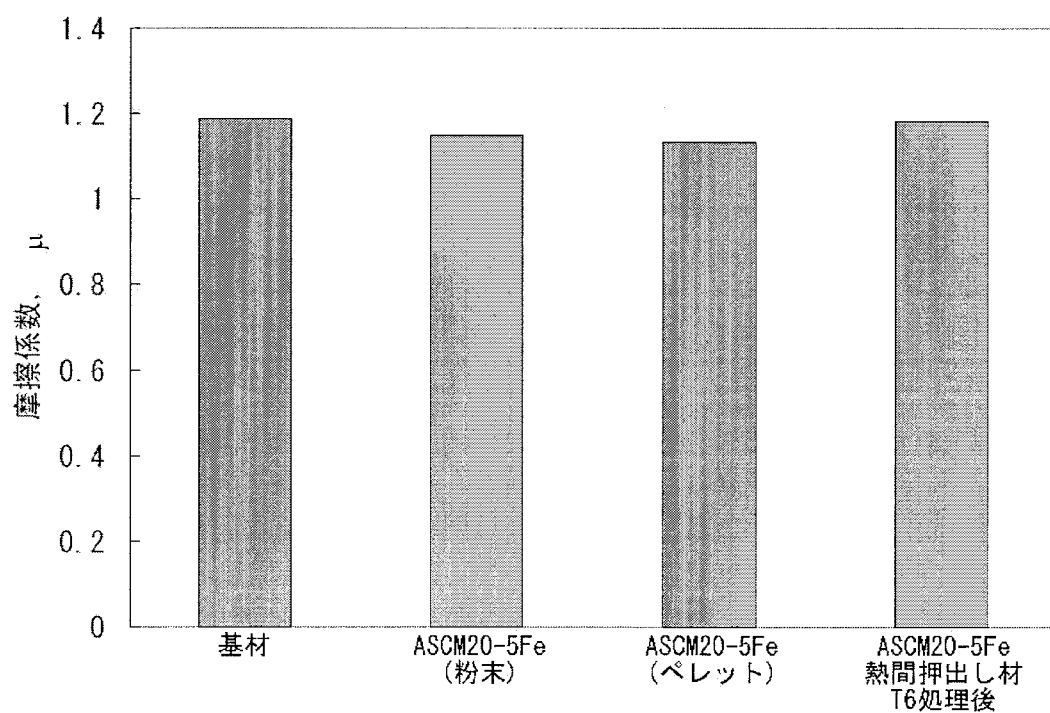


図 4.3 フレッチング試験摩擦係数(大気中)

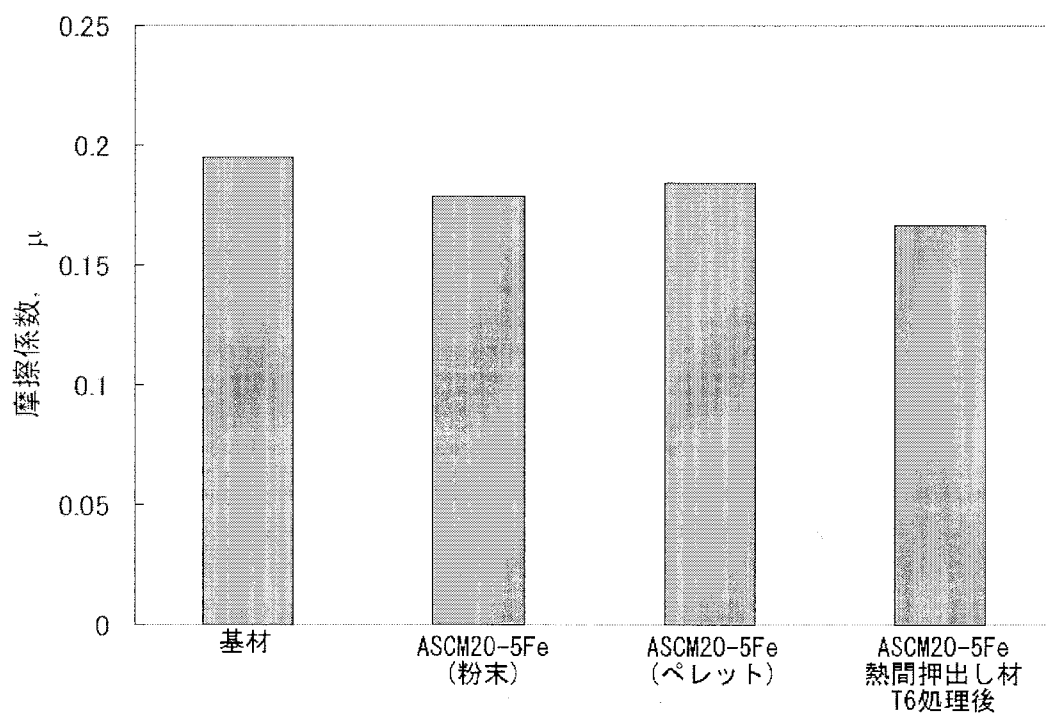
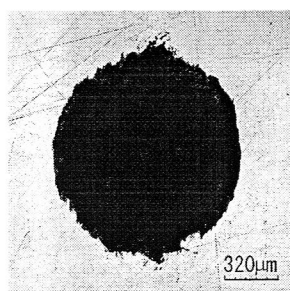
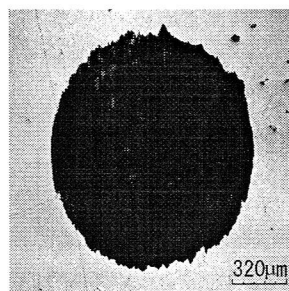


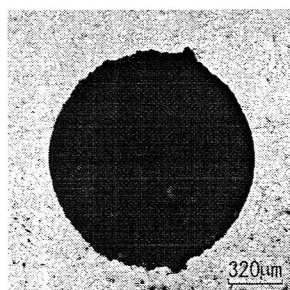
図 4.4 フレッチング試験摩擦係数(潤滑中)



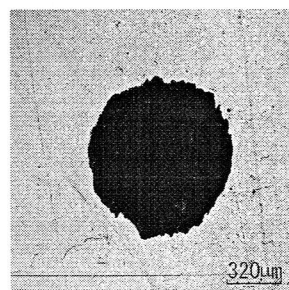
(a) 基材



(b) ASCM20-5Fe(粉末)

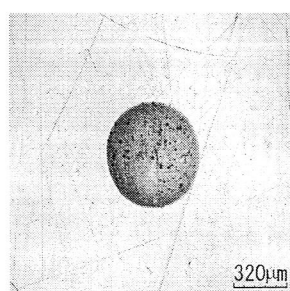


(c) ASCM20-5Fe(ペレット)

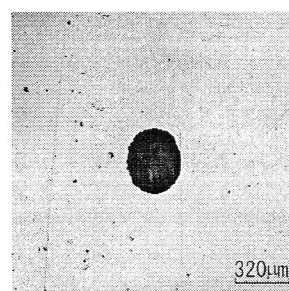


(d) ASCM20-5Fe(熱間押し出し材)
T6 処理後

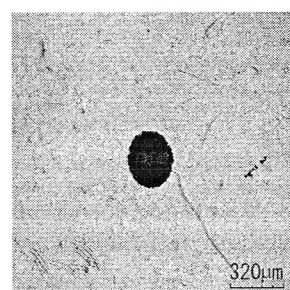
図 4.5 フレッチング試験後の摩耗痕(大気中)



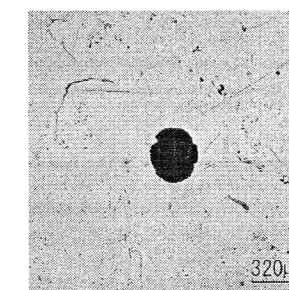
(a) 基材



(b) ASCM20-5Fe(粉末)



(c) ASCM20-5Fe(ペレット)



(d) ASCM20-5Fe(熱間押し出し材)
T6 処理後

図 4.6 フレッチング試験後の摩耗痕(潤滑中)

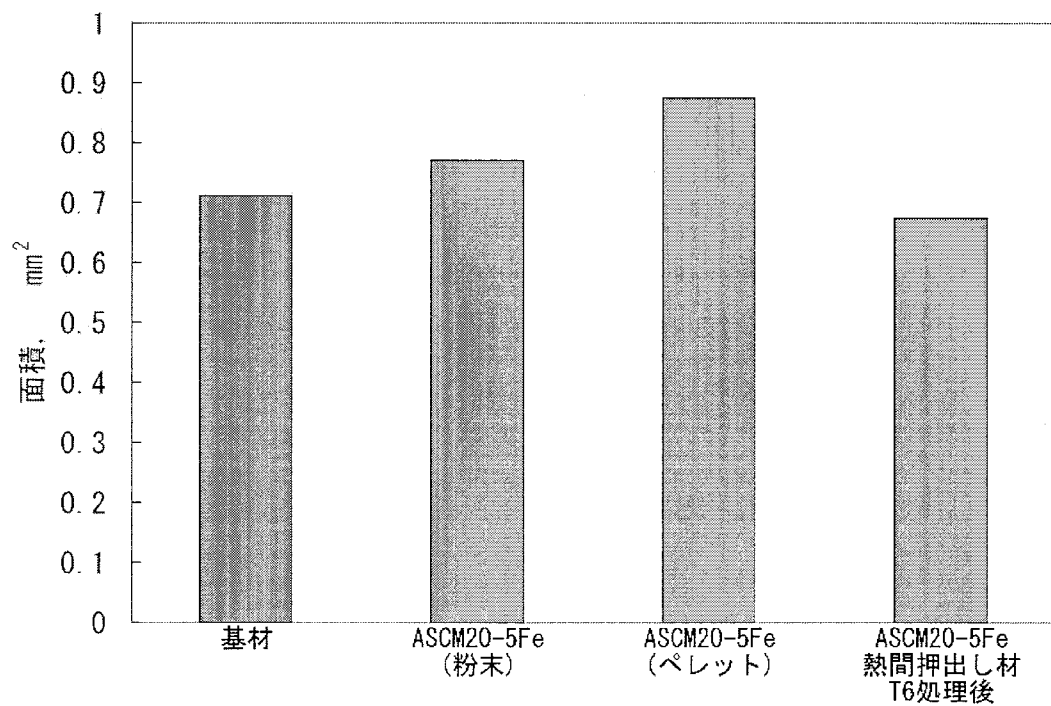


図 4.7 フレッチング試験摩耗痕面積(大気中)

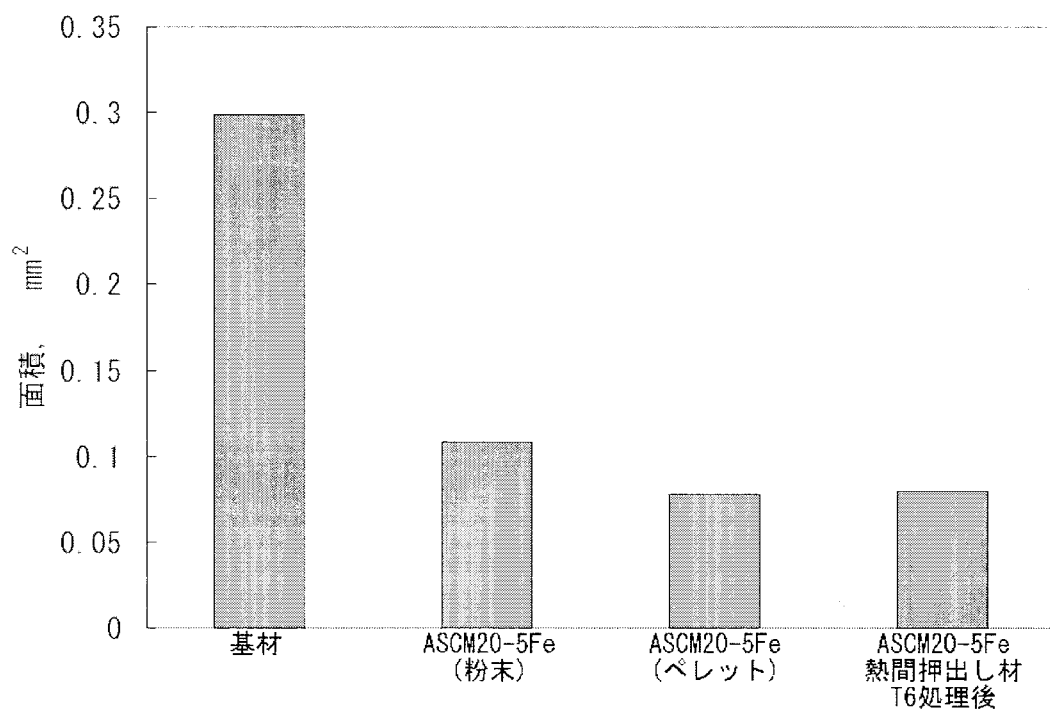


図 4.8 フレッチング試験摩耗痕面積(潤滑中)

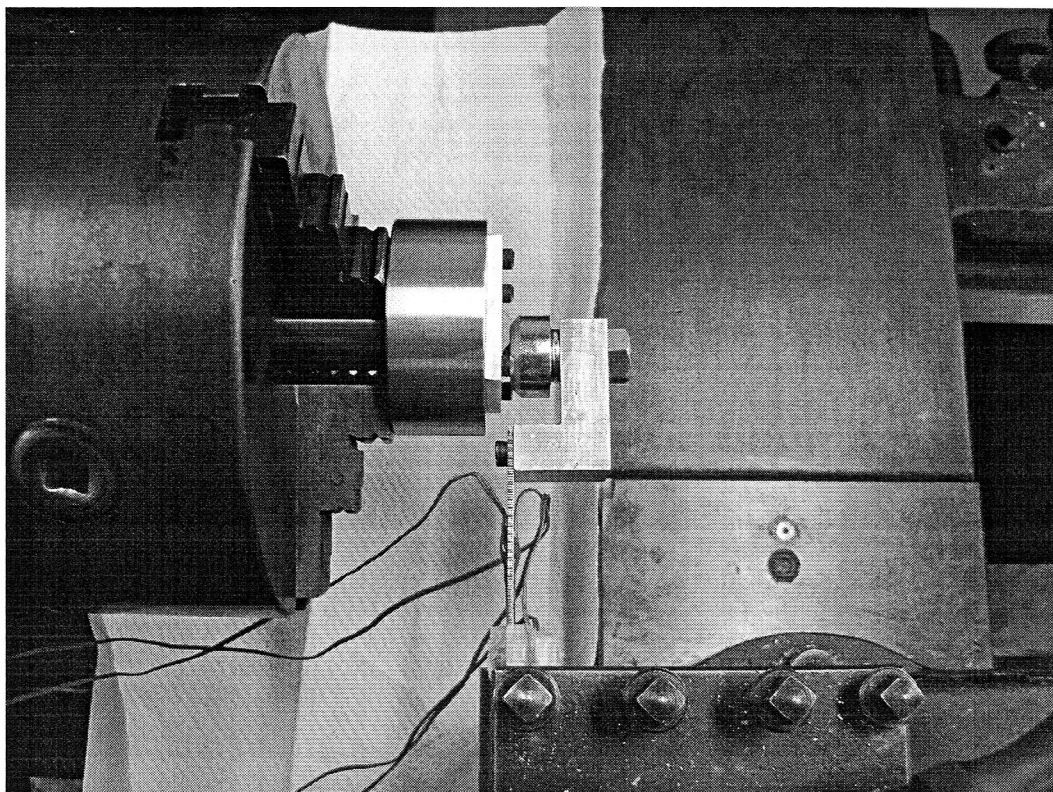


図 4.9 一方向摩耗試験装置

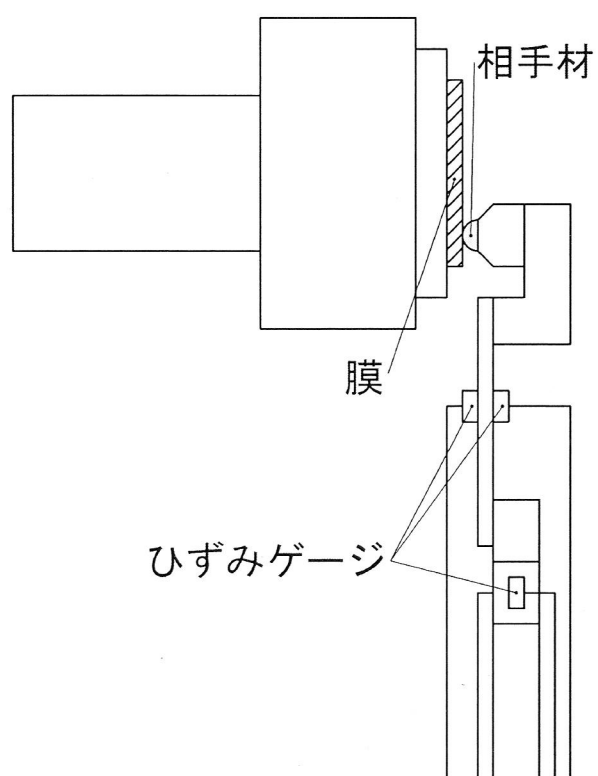
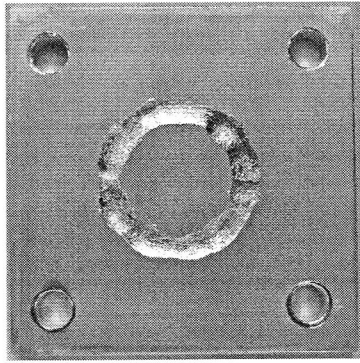
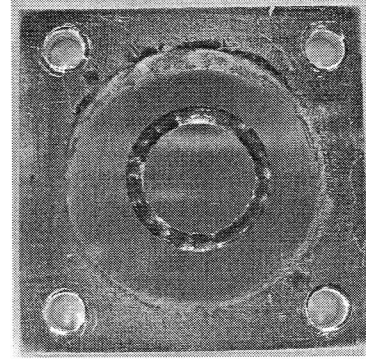


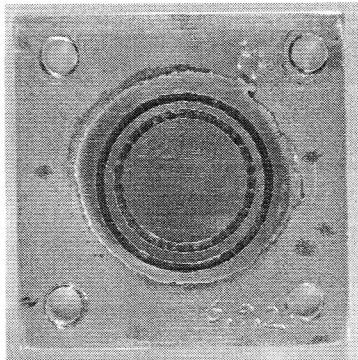
図 4.10 一方向摩耗試験機概略図



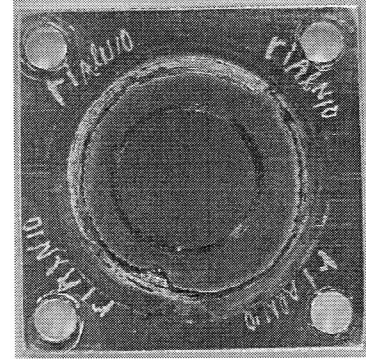
(a)基材



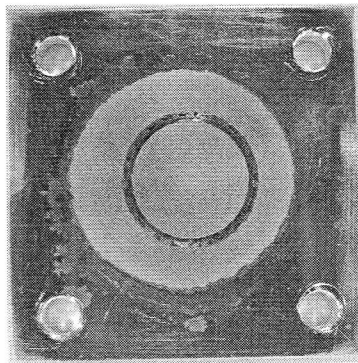
(b)ASCМ20-5Fe(粉末)



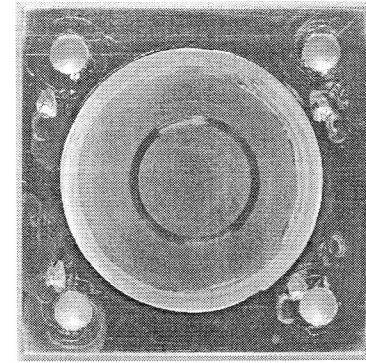
(c)AlN5%(ペレット)



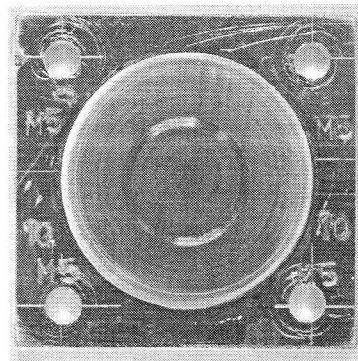
(d)AlN10%



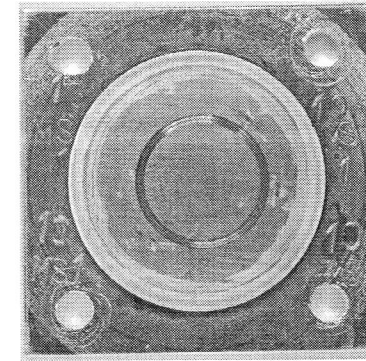
(e)AlN15%(ペレット)



(f)AlN10%+C1%

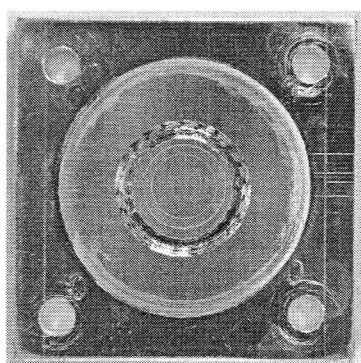


(g)AlN10%+Mo5%

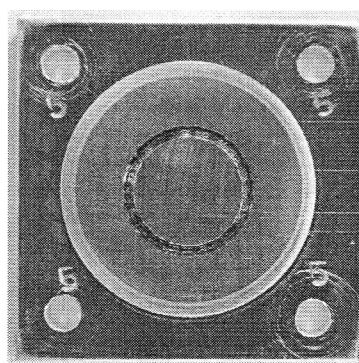


(h) AlN10%+MoS₂1%

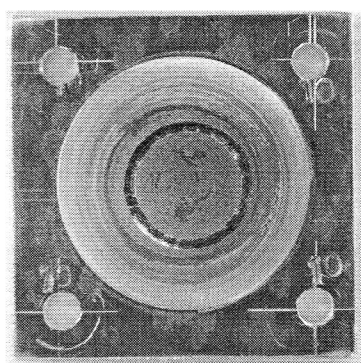
図 4.11 一方向摩耗試験後の試験片(相手材 SUJ2)



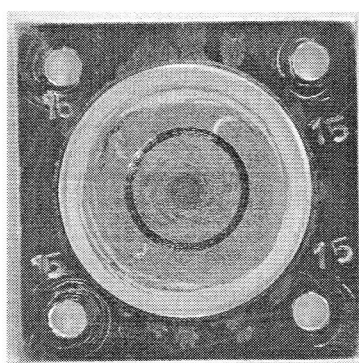
(a)ASCM20-5Fe(粉末)



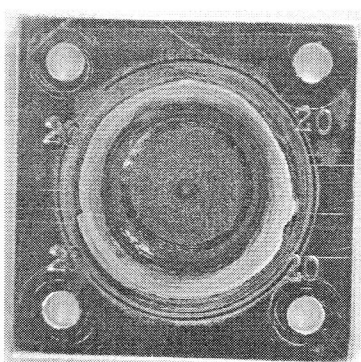
(b)AlN5%



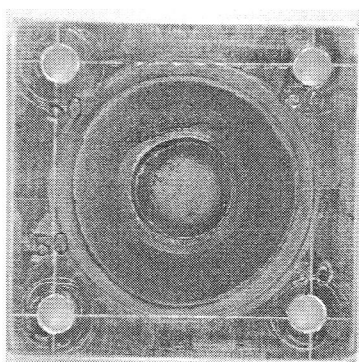
(c)AlN10%



(d)AlN15%



(e)AlN20%



(f)AlN50%

図 4.12 一方向摩耗試験後の試験片(相手材 Al_2O_3)



図 4.13 AlN50%膜剥離部

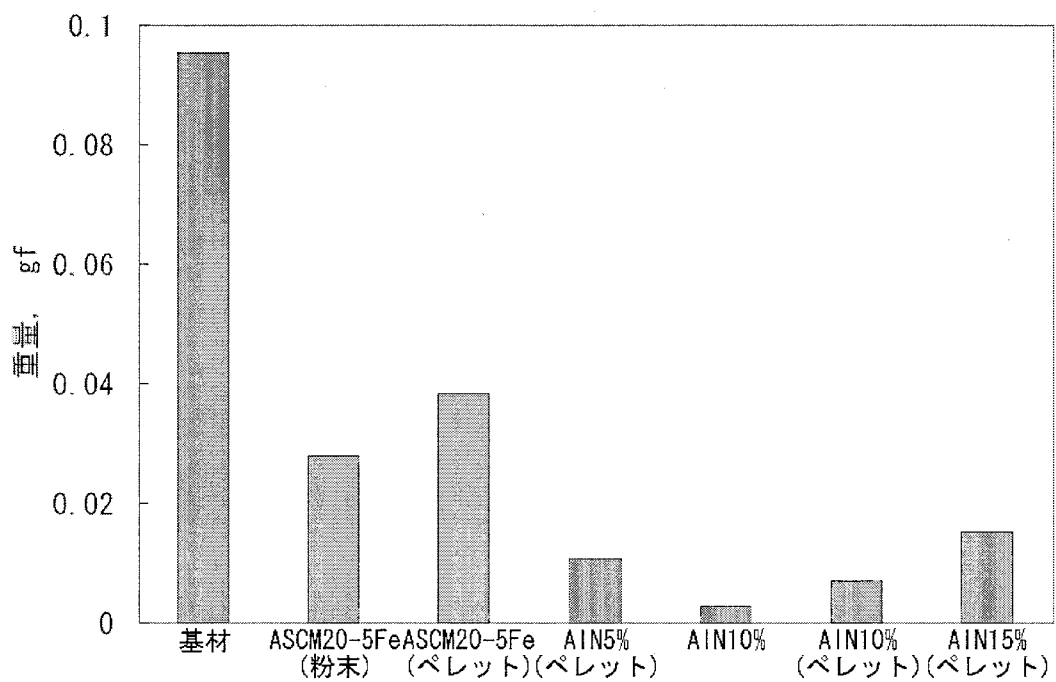


図 4.14 AlN 混合 ASCM20-5Fe 一方向摩耗試験摩耗量 (相手材 SUJ2)

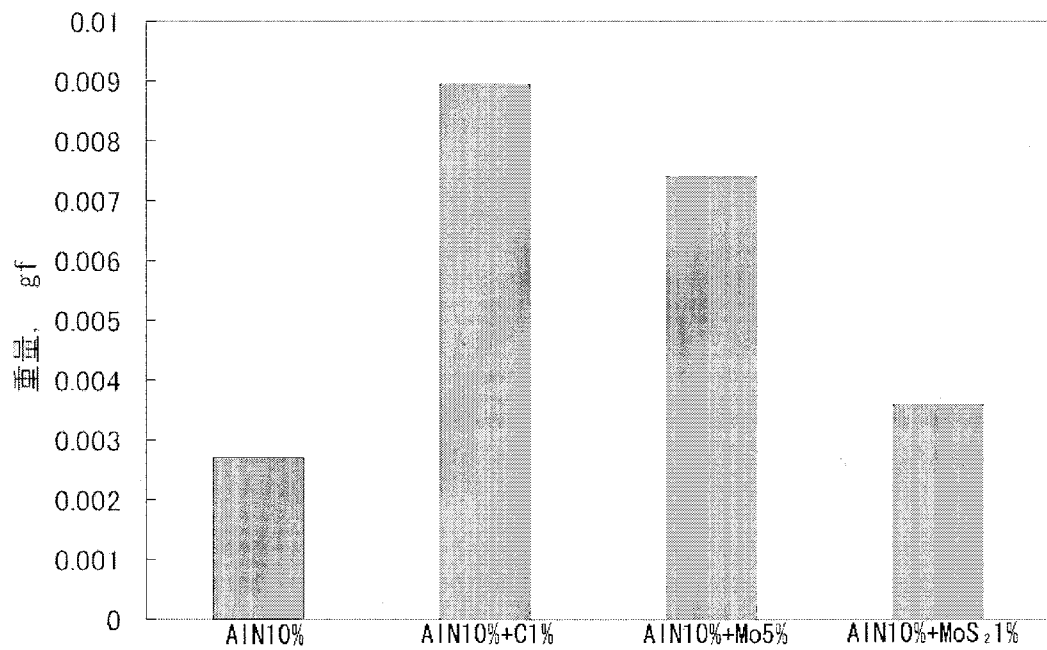


図 4.15 C, Mo, MoS₂ 混合 ASCM20-5Fe 一方向摩耗試験摩耗量 (相手材 SUJ2)

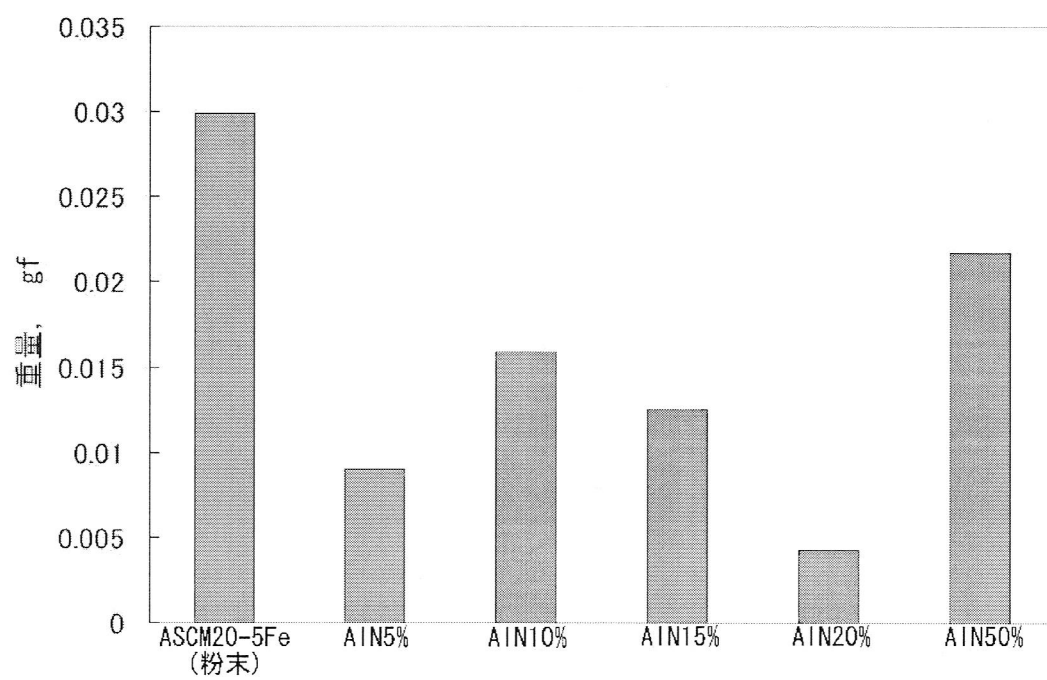


図 4.16 AIN 混合 ASCM20-5Fe 一方向摩耗試験摩耗量 (相手材 Al_2O_3)

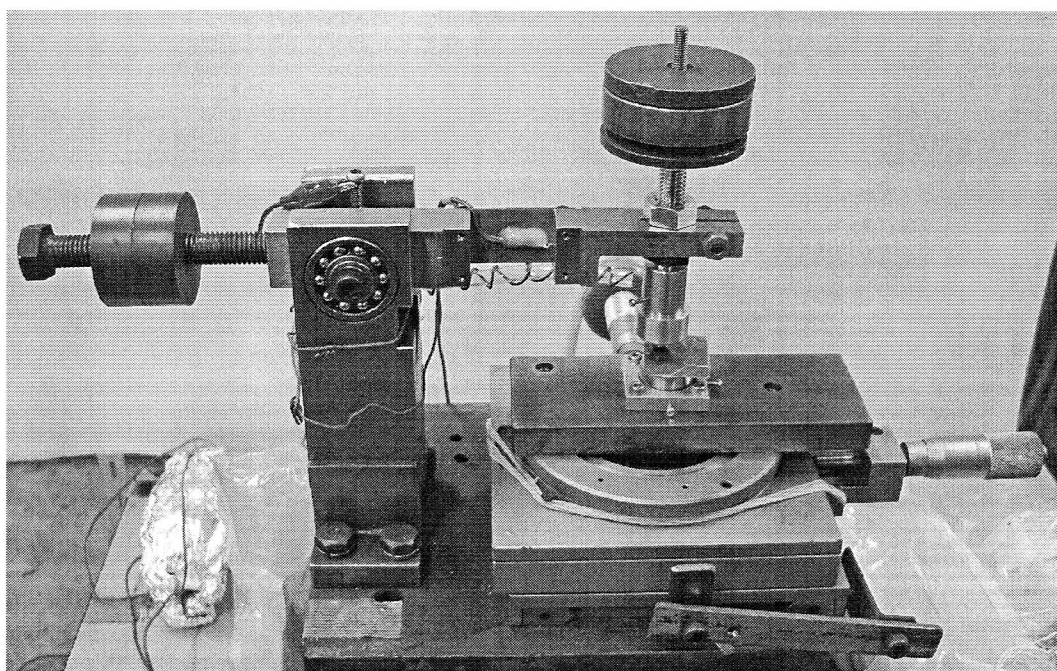


図 4.17 バウデン・レーベン式摩擦試験装置

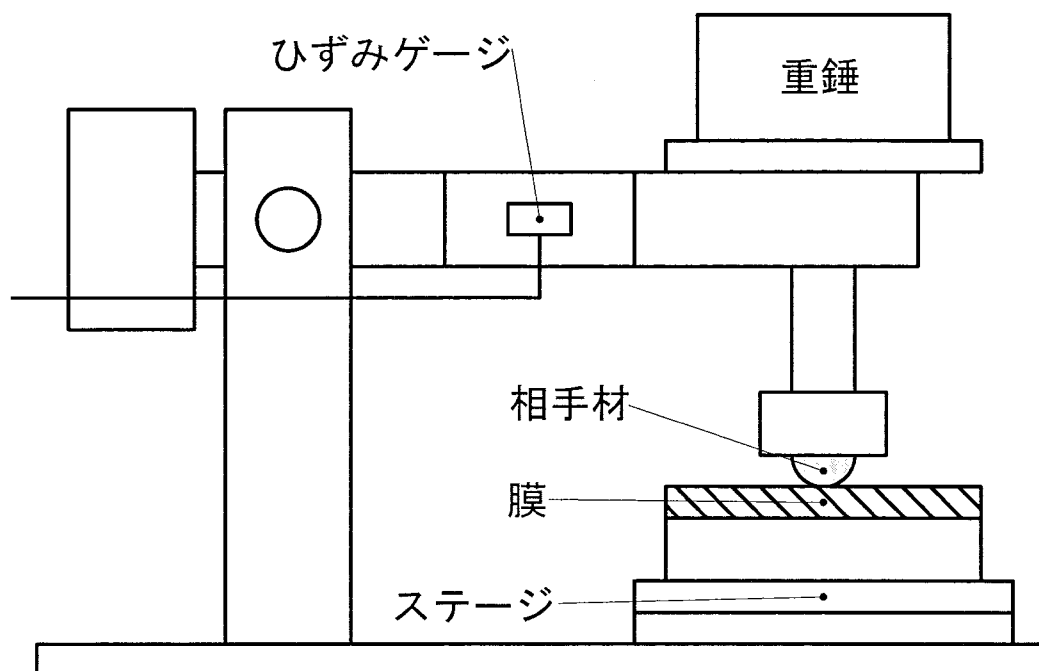


図 4.18 バウデン・レーベン式摩擦試験機概略図

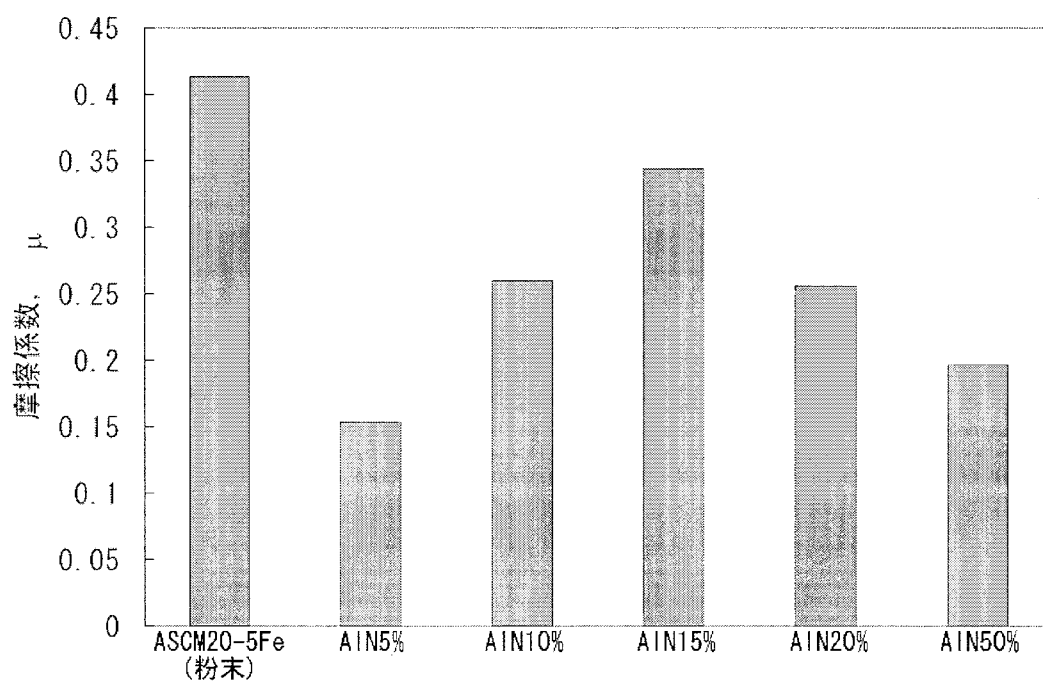


図 4.19 AIN 混合 ASCM20-5Fe 膜摩擦係数

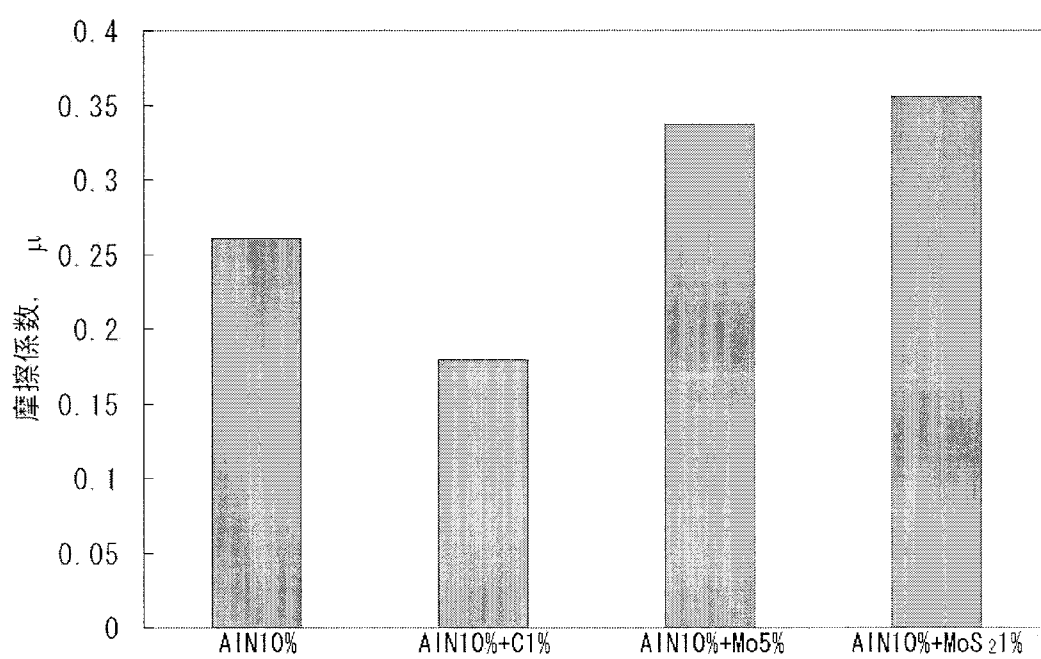


图 4.20 C, Mo, MoS₂ 混合 ASCM20-5Fe 膜摩擦系数

第 5 章 結論

第 5 章 結論

固体表面にコーティングをする技術が発達してきている中で密着力が高く、欠陥の少ない、トライボロジー特性に優れた膜を作製する技術を開発することが求められている。その中で摩擦熱を利用したコーティングについて、またはコーティングされた膜についての報告は少なく、上記のような膜を作製できる可能性を持つこの技術の開発及び作製された膜に対する評価は重要である。本論文はこれらの考えに基づき研究を行い、その結果についてまとめたものである。

摩擦を利用した成膜技術の開発、作製された膜の機械的特性の評価、トライボロジー特性の評価を行い、これらを相互に関連づけて検討した結果以下のような結論を得た。

- 1) 本研究で開発された成膜装置で欠陥の少ない、密着力に優れた、微細な組織を有する膜を作製することが可能である。
- 2) 本成膜装置で作製された膜は、基材と比較して大気中の耐フレッチング特性は劣るものの、潤滑中の耐フレッチング特性及び一方向耐摩耗特性は優れている。これは大気中でのフレッチング試験のような摩擦界面から摩耗粉が排出されにくい条件では、一度脱落した ASCM20-5Fe に含まれる Si 等の硬質粒子が、膜のアルミ素地を傷つけるためと考えられる。
- 3) 材料となる Al を主成分とする粉末に AlN を加えることにより、トライボロジー特性により優れた膜を作製することが可能である。しかし AlN を 10% 以上加えることにより組織の均一化及び微細化が阻害されるので、 Al_2O_3 のように相手材の硬さが大きいもの場合には AlN の添加が必ずしも有効に作用するものではない。
- 4) 現時点においては限定的ではあるが、摩擦を利用して作製された膜がトライボ皮膜として有効である。

参考文献

- 1) 菅野 泰平. 「表面処理工学-基礎と応用-」(表面技術協会編)日刊工業新聞社, 東京
2000; 137-140
- 2) 篠田 剛. 摩擦を利用した接合技術, 日本機械学会誌 2005;108 巻, 1037 号:42-44

謝辞

本論文は、東京海洋大学 大学院海洋科学技術研究科 海洋システム工学専攻に在籍する筆者が、海洋機械工学講座 機械応用力学研究室において、志摩 政幸 教授のご指導のもと、研究を行いまとめたものです。研究にあたり、志摩 政幸 教授をはじめ、多くの方々のご指導、ご協力を賜りました。

はじめに、本研究のあらゆる面においてご指導をしていただきました、志摩 政幸 教授に改めてお礼申し上げます。先生には常に丁寧な、ときに厳しいご指導をいただきました。特に筆者の人生において大きな影響を受けた ASIATRIB 2006 KANAZAWA, JAPAN に参加できるまで、未熟な筆者でも研究を進められるようご指導していただいたこと、及び研究の成果をまとめることができたことには大変感謝しております。

本研究は、株式会社古河アルフレックスの助成を受けて行われたものであり、成膜装置の開発及びあらゆる面での援助をしていただきました同社に対し厚くお礼申し上げます。

貴重なご教示をいただきました、本学修士学位論文審査員の和泉 充 教授、地引 達弘 助教授に厚くお礼申し上げます。

試験片の製作にあたり、貴重な設備を度々お貸しいただきました、機械設計研究室 岩本 勝美 教授、大石 誠治 助手に厚くお礼申し上げます。

本研究を進めるにあたり、惜しみないご協力をいただきました本研究室の地引 達弘 助教授、菅原 隆志 技官、大久保 ユリ子 教務補佐員に対しまして厚くお礼申し上げます。皆様には試験の準備や試験片製作の方法をはじめ、様々な面でご指導をいただきました。特に菅原 隆志 技官には膜の作製をしていただき、円滑に研究を進めることができたことを感謝いたします。

本研究室においてともに研究を行いました、元田 智弘 さん、小島 康史 さん、飯沼 信介 さん、佐藤 崇洋 さん、佐藤 歩美 さん、伊藤 聡史 さん、鈴木 基司 さんにお礼申し上げます。特に元田さんには時に厳しく、時に優しく実験について、原稿の書き方について教えていただきました。小島さんには実験装置の使い方を丁寧に教えていただきました。

また伊藤さんからは研究及びそれ以外の部分でも貴重な意見をたくさんいただきました。研究を進めていく上で協力していただきましたことに厚くお礼申し上げます。

また大学院での生活を送っていく上で互いに励ましあい、研究についても貴重な意見の交換をさせていただきました，本学エネルギー変換研究室の皆様にお礼申し上げます。

最後に私をこれまで経済的にも精神的にも支えてくれた両親に心より感謝いたします。

平成 19 年(2007 年) 1 月 31 日

鍋田 佳典